

(S7) Abstract
A light emitting diode (GaAsp LED) is made of gallium phosphide arsenide GaAsp mixed crystal and its light intensity is much improved compared with conventional ones. The light emitting diode has a pellet whose main surface is made of a GaAsp mixed crystal and is rough.

図 1

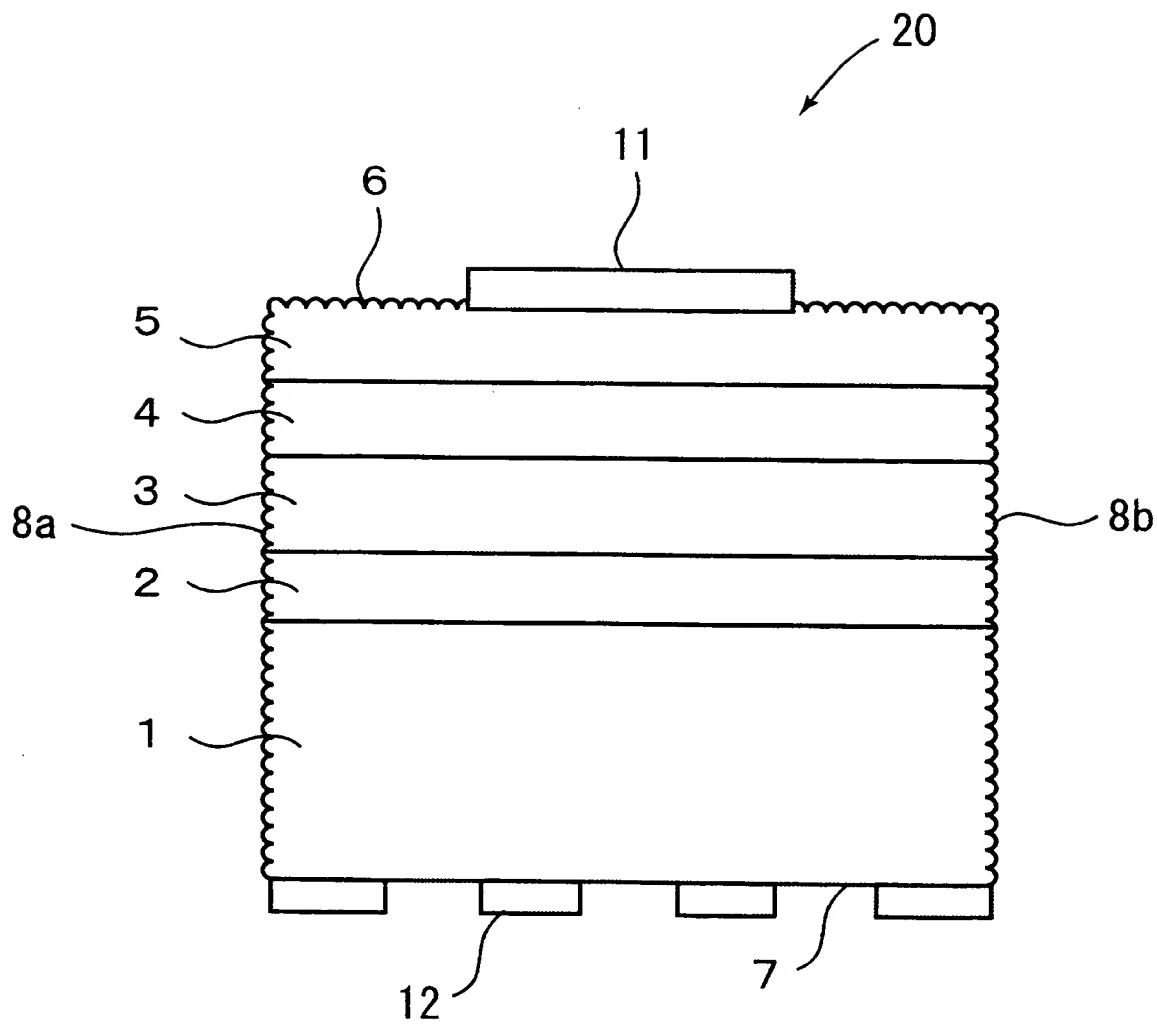
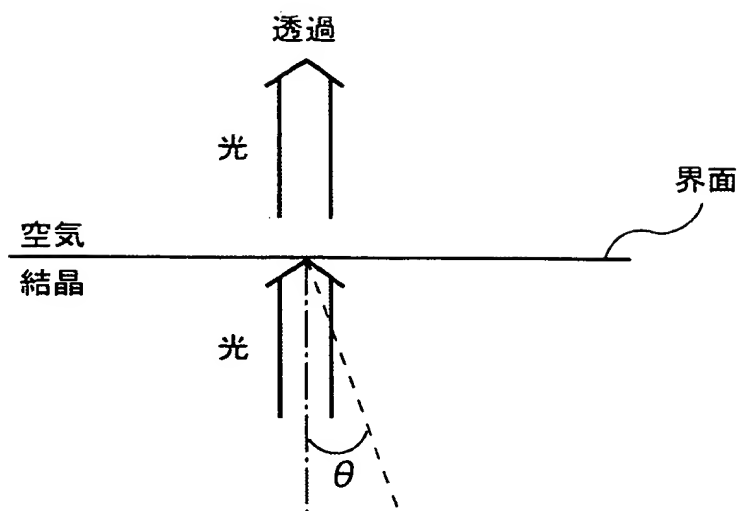


図 2

(A)



(B)

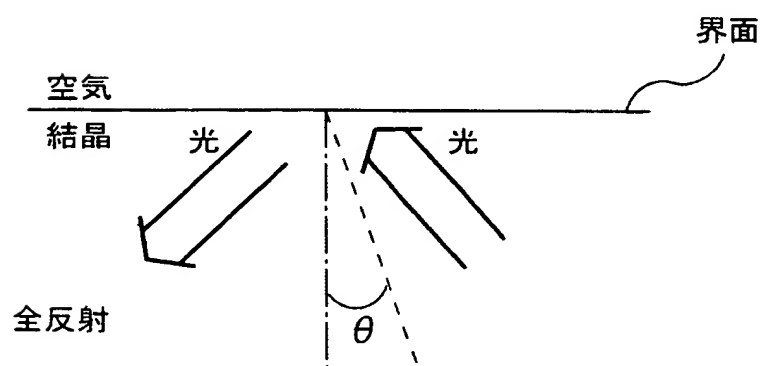
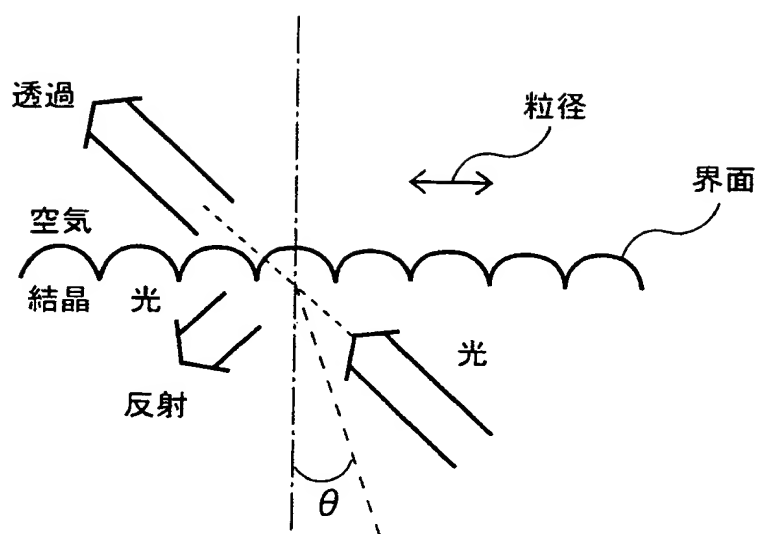
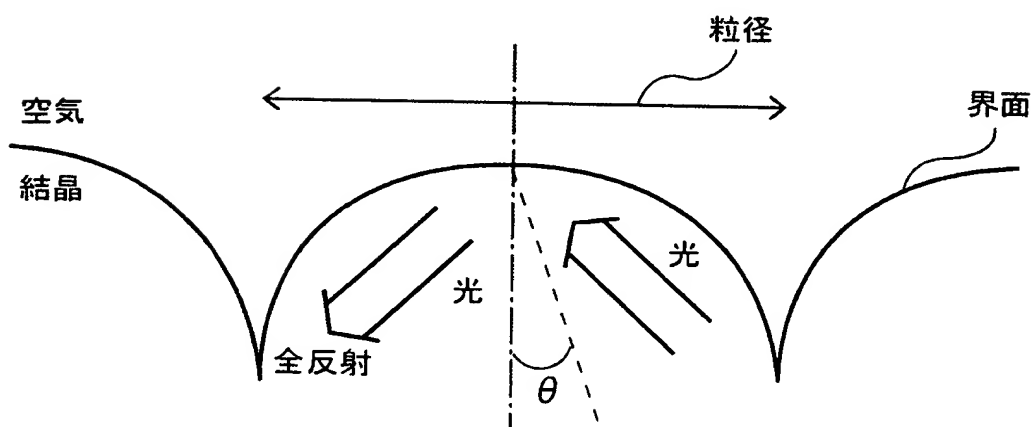


図 3

(A)



(B)



(C)

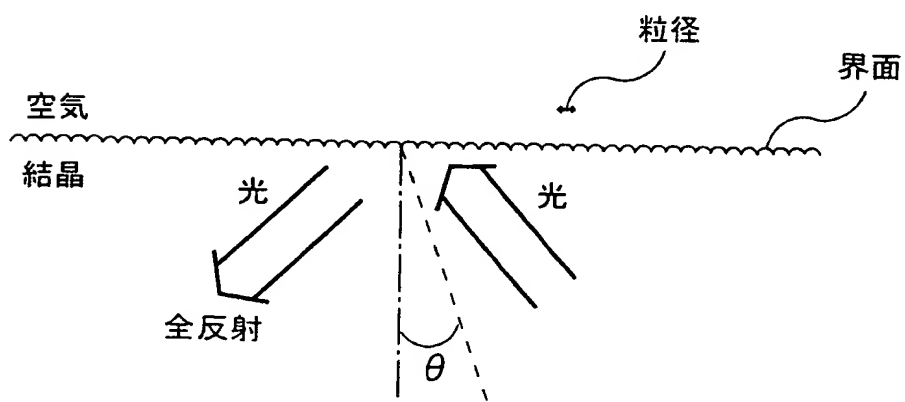


図 4

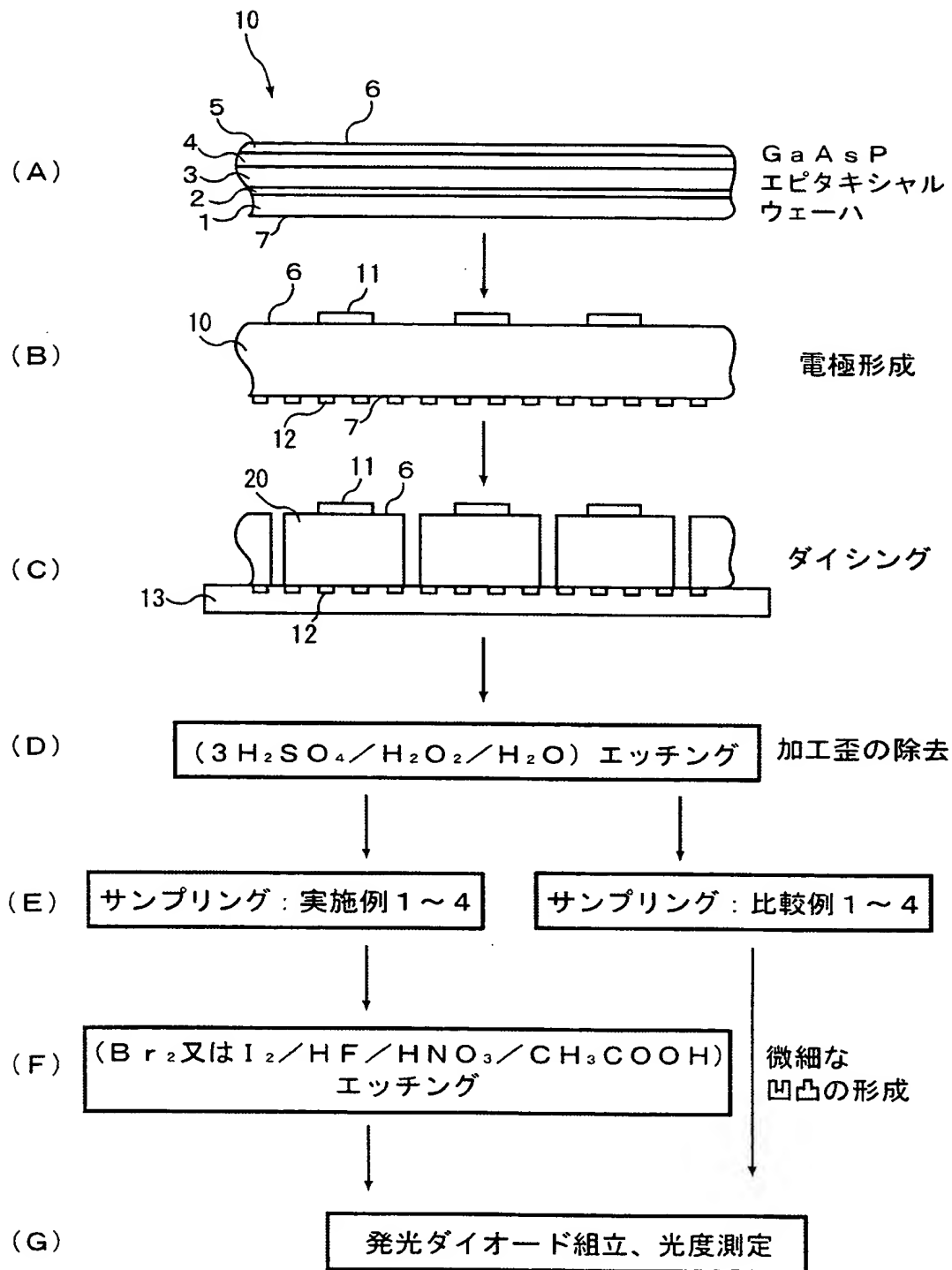


図 5

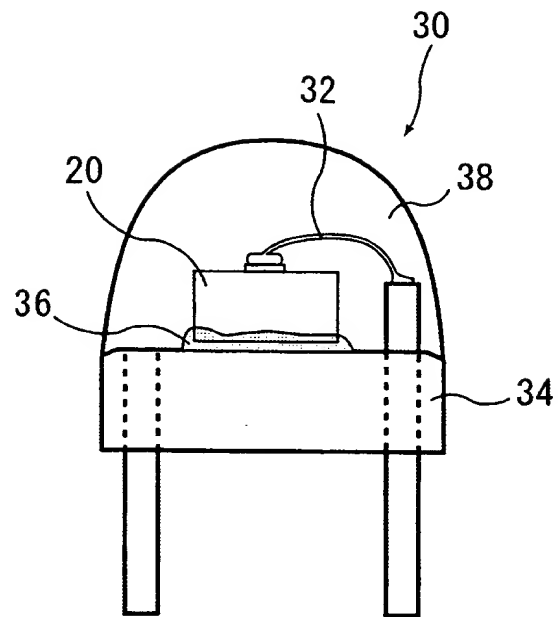
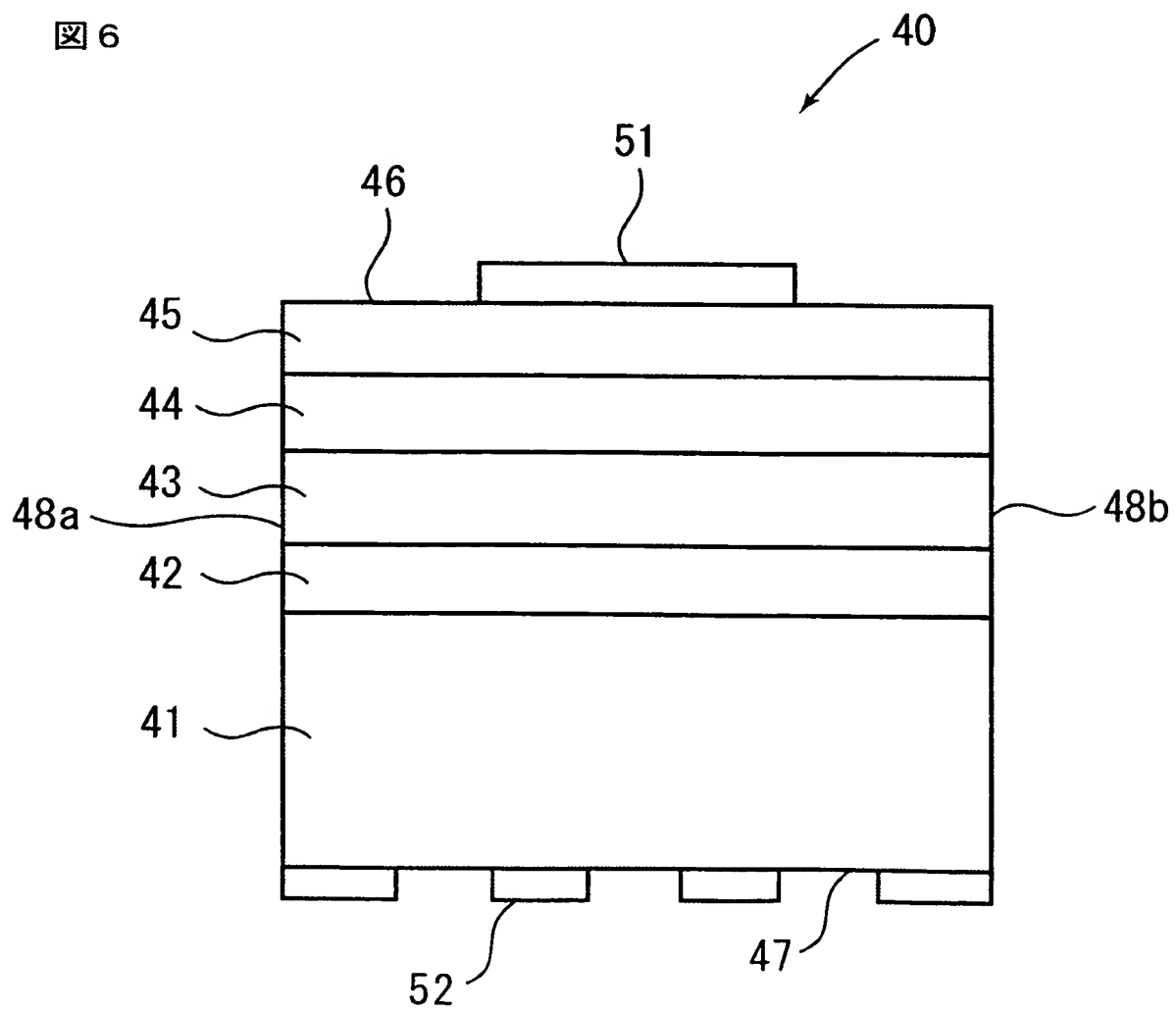


図 6



従来よりも光強度が大幅に改善された燐化砒化ガリウムGaAsP混晶を構成材料とする発光ダイオード（GaAsP系LED）、及びその製造方法を提供する。

主表面がGaAsP混晶からなるペレットを有する発光ダイオードにおいて、前記主表面が粗面であるようにした。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

| | | | | | | | |
|----|--------------|----|---------|----|----------------|----|------------|
| AE | アラブ首長国連邦 | DM | ドミニカ | KZ | カザフスタン | RU | ロシア |
| AG | アンティグア・バーブーダ | DZ | アルジェリア | LC | セントルシア | SD | スーダン |
| AL | アルバニア | EE | エストニア | LI | リヒテンシュタイン | SE | スウェーデン |
| AM | アルメニア | ES | スペイン | LK | スリ・ランカ | SG | シンガポール |
| AT | オーストリア | FI | フィンランド | LR | リベリア | SI | スロヴェニア |
| AU | オーストラリア | FR | フランス | LS | レソト | SK | スロヴァキア |
| AZ | アゼルバイジャン | GA | ガボン | LT | リトアニア | SL | シエラ・レオネ |
| BA | ボスニア・ヘルツェゴビナ | GB | 英国 | LU | ルクセンブルグ | SN | セネガル |
| BB | バルバドス | GD | グレナダ | LV | ラトヴィア | SZ | スワジランド |
| BE | ベルギー | GE | グルジア | MA | モロッコ | TD | チャード |
| BF | ブルキナ・ファソ | GH | ガーナ | MC | モナコ | TG | トーゴ |
| BG | ブルガリア | GM | ガンビア | MD | モルドヴァ | TJ | タジキスタン |
| BJ | ベナン | GN | ギニア | MG | マダガスカル | TM | トルクメニスタン |
| BR | ブラジル | CR | ギリシャ | MK | マケドニア旧ユーゴスラヴィア | TR | トルコ |
| BY | ベラルーシ | GW | ギニア・ビサウ | | 共和国 | TT | トリニダード・トバゴ |
| CA | カナダ | HR | クロアチア | ML | マリ | TZ | タンザニア |
| CF | 中央アフリカ | HU | ハンガリー | MN | モンゴル | UA | ウクライナ |
| CG | コンゴ | ID | インドネシア | MR | モーリタニア | UG | ウガンダ |
| CH | スイス | IE | アイルランド | MW | マラウイ | US | 米国 |
| CI | コートジボアール | IL | イスラエル | MX | メキシコ | UZ | ウズベキスタン |
| CM | カメルーン | IN | インド | MZ | モザンビーク | VN | ヴェトナム |
| CN | 中国 | IS | アイスランド | NE | ニジェール | YU | ユーゴスラヴィア |
| CU | コスタ・リカ | IT | イタリア | NL | オランダ | ZA | 南アフリカ共和国 |
| CY | キプロス | JP | 日本 | NO | ノールウェー | ZW | ジンバブエ |
| CZ | チェッコ | KE | ケニア | NZ | ニュージーランド | | |
| DE | ドイツ | KG | キルギスタン | PL | ポーランド | | |
| DK | デンマーク | KP | 北朝鮮 | PT | ポルトガル | | |
| | | KR | 韓国 | RO | ルーマニア | | |

明 細 書

発光ダイオード及びその製造方法

5 技術分野

本発明は、発光ダイオード〔以下、単に「LED (Light Emitting Diodeの略)」と記載することがある。〕及びその製造方法、特に燐化砒化ガリウム $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ 混晶（以下、単に「GaAsP」と記載することがある。）を構成材料とする発光ダイオード（以下、単に「GaAsP系LED」と記載することがある。）及びその製造方法に関する。

背景技術

燐化砒化ガリウム $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ 混晶を構成材料とする発光ダイオードは、混晶率 x の組成を変化させることにより禁止帯エネルギー間隙を変化させて、波長583nmの黄色（ $x=0.90$ ）、波長626nmの橙色（ $x=0.65$ ）、又は波長648nmの赤色（ $x=0.50$ ）等を発光させることができ、表示装置等の光源として使用されている。

一般に、LEDでは高い光強度が要求される。LEDの発光効率、内部量子効率及び取り出し効率によって決まる。内部量子効率はLEDの構成材料の組成により決定されるものである。発光効率を高めるためには、LED内部での光吸収による損失や、光放出面と空気との界面での全反射により外部に取り出されない光の損失を抑えることにより取り出し効率を高くする必要がある。

光の取り出し効率を高くするために、 $p-n$ 接合を有する半導体ウェーハをチップ状に1つ1つ切断して得られるペレット (pellet) の表面を粗面化する処理方法は、既に知られている（特開平4-354382号、特

開平6-151959号等)。ペレットの表面を粗面化すると、光放出面と空気との界面で光が全反射する確率が下がるので、取り出し効率を高くすることができると考えられる。

ペレットの表面を粗面化するには、湿式エッチングが簡便である。例えば、
 5 ば、燐化ガリウムGaP系のペレットの場合は、塩酸即ちHCl水溶液によるエッチングで粗面化することができる（特開平4-354382号）。またAlGaAs混晶表面の粗面化には、フッ化水素酸（特開平6-151959号）や硝酸：硫酸=95：5の混合液（特開平10-200156号）が有効である。

10 しかしながら、燐化砒化ガリウムGaAsP混晶に対しては、ペレットの主表面を粗面化するのに好ましいエッチング液の開発に未だ成功しておらず、図6のようにGaAsP混晶系のペレット40の主表面46は鏡面状態のままであった。

ここで、GaAsP混晶系のペレット40は、例えば、n型GaP単結
 15 晶基板41上に、n型GaPエピタキシャル層42、混晶率xが変化するn型GaAs_{1-x}P_x混晶率変化層43、窒素を添加したn型GaAs_{1-x}P_x混晶率一定層44、45を順次積層した後に、GaAs_{1-x}P_x混晶率一定層45の表面より亜鉛Znを拡散させて該GaAs_{1-x}P_x混晶率一定層45をp型に反転させて、混晶率一定層44と45の境界にp-n接合を形成し、続いて、主表面46と主裏面47に金合金を蒸着して、p側電極51とn側電極52を形成し、最後に、ダイシングによりチップ状に切断することにより得られる。

図6において、48a、48bはペレット側面のことであり、ダイシングによりチップ状にする際に、その切断面として主表面46とほぼ直角を
 25 なすようにして形成される。なお、ペレット側面は、図6に示される48a、48bの他に、さらに2面ある。

本発明者は、GaAsP 混晶の少なくとも主表面に対して粗面化処理の可能なエッチング液を開発すべく研究を重ねたところ、臭素 Br_2 又は沃素 I_2 を水溶液中に含むエッチング液が好適であることを見出した。このエッチング液を用いて種々実験を続けることによって、本発明に到達したものである。

本発明は、従来よりも光強度が大幅に改善された燐化砒化ガリウム GaAsP 混晶を構成材料とする発光ダイオード (GaAsP 系 LED)、及びその製造方法を提供することを目的とする。

10 発明の開示

本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、主表面が GaAsP 混晶からなるペレットを有する発光ダイオードにおいて、前記主表面が粗面であることを特徴とする。

前記ペレットの側面部が粗面であると、より高い取り出し効果を達成することができる。また前記粗面は、粒径 $0.3\ \mu\text{m}$ 以上 $3\ \mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を形成してなることが好ましい。

本発明の発光ダイオードの製造方法は、主表面が GaAsP 混晶からなるペレットを有する発光ダイオードの製造方法において、前記ペレットを Br_2 または I_2 を水溶液中に含むエッチング液で処理して、前記ペレットの少なくとも主表面に微細な凹凸を形成することを特徴とする。

前記エッチング液は、硝酸、弗化水素、酢酸をさらに含む水溶液であることが好ましい。また、前記エッチング液は、 Br_2 または I_2 が 1 部に対し、硝酸を 40～80 部、弗化水素を 40 部～300 部、酢酸を 400 部～2000 部のモル組成比で含むのがさらに好適である。

25

図面の簡単な説明

図1は、本発明の発光ダイオード用ペレットの主表面及び側面を示す概略断面図である。

図2は、光放出面に対する光の到達角度と光の透過及び反射状態を示す説明図で、図2(A)は光が透過する場合、図2(B)は光が反射する場合をそれぞれ示す。

図3は、光放出面に微細な凹凸を形成した場合の光の到達角度と光の透過及び反射状態を示す説明図で、図3(A)は凹凸の粒径が $0.3\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下である場合、図3(B)は凹凸の粒径が $3\mu\text{m}$ を越える場合及び図3(C)は $0.3\mu\text{m}$ に満たない場合をそれぞれ示す。

図4は、本発明の発光ダイオードの製造方法の手順を示すフローチャートである。

図5は、発光ダイオードの作成例を示す説明図である。

図6は、従来の発光ダイオード用ペレットの主表面及び側面を示す概略断面図である。

発明を実施するための最良の形態

以下に、本発明に係る発光ダイオード及びその製造方法について添付図面を参照して詳細に説明するが、これらの実施の形態は例示的に示されるもので、本発明の技術思想から逸脱しない限り種々の変形が可能なことはいうまでもない。

図1は、本発明の燐化砒化ガリウムGaAsPを構成材料とする発光ダイオード用ペレット（以下、単に「GaAsP系ペレット」ということがある。）を示す概略断面図である。

図1に示すようにGaAsP混晶からなる主表面6は、光の取り出し効率を良くするために湿式エッチングにより粗面化されており、その粒径が $0.3\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下になるようにエッチング条件が調整されている

。 燐化砒化ガリウム GaAsP 混晶により発光する光は、ピーク波長で黄色の約 580 nm から赤色の約 650 nm までの 600 nm 前後の波長であり、前記ペレット 20 の主表面 6 の粒径がこの波長域よりやや広い 0.

- 5 3 μm 以上 3 μm 以下になるように粗面化の程度を調整すると、光の全反射する確率がうまく下がるので、光の取り出し効率が上がるのである。

光の取り出し効率について、さらに詳しく説明する。上記したように、高い光強度を得るためには、光放出面と空気との界面における全反射により外部に取り出されない光の割合を小さくすることにより、光の取り出し
10 効率を高くする必要がある。

波長 600 nm 近傍において、GaP の屈折率 n が約 3.3、GaAs の屈折率 n が約 3.8 であることから、それらの混晶である GaAsP の屈折率 n は、約 3.3 ~ 約 3.8 である。このように大きな屈折率 n から屈折率 = 1 の空気へ光が入射する場合の全反射臨界角 θ は、

15
$$\theta = \sin^{-1} (1/n)$$

で表わされるので、屈折率 n = 約 3.3 ~ 約 3.8 の GaAsP の場合、全反射臨界角 θ = 約 15° ~ 約 18° となる。

すなわち、光放出面が図 2 に示すように平面の場合は、平面に対して垂直に近い角度で、かつこの全反射臨界角 θ よりも小さい角度内で界面に到達した光のみが、空気中に放出される〔図 2 (A)〕。そして、全反射臨
20 界角 θ よりも大きな角度で界面に到達した光は全反射してしまい、結晶内部に反射して吸収されてしまう〔図 2 (B)〕。

そこで、光放出面と空気との界面を平面ではなく、微細な凹凸が形成されるように湿式エッチングにより粗面化するのである。図 3 に示すように
25 、界面に微細な凹凸が形成されると、全反射臨界角 θ よりも大きな角度で界面に到達した光に対しても、局部的には全反射臨界角 θ よりも小さい角

度を有する凸面が存在するので、その凸面から光が空気中に透過することができるのである〔図3 (A)〕。

5 GaAsP混晶の場合、微細な凹凸粒径は、 $0.3\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい〔図3 (A)〕。微細な凹凸の粒径が $3\mu\text{m}$ を越える場合には、上記光の波長に対しては凹凸が緩やかすぎて局部的な鏡面として作用する〔図3 (B)〕。また逆に、微細な凹凸の粒径が $0.3\mu\text{m}$ に満たない場合には、光の波長に対する凹凸のレベルが小さすぎて実質的に鏡面と同じになってしまう〔図3 (C)〕。ここで、本発明において微細な凹凸の粒径とは、図3に示すように、ある凸状物の立ち上がりから隣接する凸状物の立ち上がりまでの長さのことである。また、図3において、10 界面の微細な凹凸は半円の連続として描写してあるが、空気側に突起した断面円弧状の凹凸が密集して形成されていればよい。

図1において、粒径が $0.3\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を有する粗面を、主表面6のみならず、ベレット側面8 (8a, 8b、さらに図1 15 に示されていない他の2側面を含む) にも形成すると、光の取り出し効果が一層高くなる。

次に、本発明に係る発光ダイオードの製造方法について、図4を用いて説明する。

まず、主表面の面方位が(100)であるn型GaP単結晶基板1上に、20 n型GaPエピタキシャル層2、混晶率xが変化するn型GaAs_{1-x}P_x混晶率変化層3、窒素を添加したn型GaAs_{1-x}P_x混晶率一定層4、5を順次積層した後に、GaAs_{1-x}P_x混晶率一定層5の表面より亜鉛Znを拡散させて該GaAs_{1-x}P_x混晶率一定層5をp型に反転させ、混晶率一定層4と5の境界にp-n接合を有するGaAsPエピタキシャルウェーハ10を得る〔工程(A)〕。25

続いて、GaAsPエピタキシャルウェーハ10の主表面6と主裏面7

に金合金を蒸着して、p側電極11とn側電極12を形成する〔工程(B)〕。そして、n型電極12を覆うようにして粘着シート13にGaAsPエピタキシャルウェーハ10を貼り付けて、該GaAsPエピタキシャルウェーハ10をダイシングにより $0.3\text{ mm} \times 0.3\text{ mm}$ □のペレット20に切断する〔工程(C)〕。

さらに、切断されたペレット20を、96%硫酸 H_2SO_4 :32%過酸化水素 H_2O_2 :水 H_2O =3:1:1の組成比(容量)の第1のエッチング液で2分間エッチングを行い、ダイシングにより生じた加工歪を除去する〔工程(D)〕。

次に、粒径が $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を、GaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8に形成するため、ペレット20を臭素 Br_2 又は沃素 I_2 を水溶液中に含む第2のエッチング液で処理する〔工程(F)〕。従来、GaAsP混晶の粗面化処理のために、 Br_2 又は I_2 を含むエッチング液は用いられていなかった。このエッチングの際、ペレット20の主裏面7を粘着シート13で覆って第2のエッチング液から保護し、粗面化されないようにする。主裏面7は、粗面よりも鏡面状態のほうが主裏面7側から光が逃げないので取り出し効果を向上させることができて好ましい。

より具体的には、 Br_2 又は I_2 の他に、 Br_2 又は I_2 が1部に対し、硝酸 HNO_3 を40部~80部、弗化水素 HF を40部~300部、酢酸 CH_3COOH を400部~2000部のモル組成比で水溶液中にさらに含む第2のエッチング液を調整後、該第2のエッチング液中でGaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8a、8b等を所定時間エッチングし、粒径が $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を有する粗面を形成する。最適なエッチング時間は、GaAsP系ペレットの混晶率やエッチング液の組成により多少異なる。上記第2のエッチング液はGaAsP混晶のみ

ならず、ペレット 20 の側面に一部露出している GaP をも粗面化するので、第 2 のエッチング液に曝されている主表面 6 及び側面 8 a, 8 b 等全体が粗面化される。

以下に、本発明におけるエッチング条件と、該エッチングにより得られた微細な凹凸を有する GaAsP 混晶をペレットの構成材料とする発光ダイオードの光度とについて、さらに具体的な例をあげて説明する。以下の具体例は例示的に示されるもので、限定的に解釈されるべきでないことはいうまでもない。

(実施例 1)

96% 硫酸 H_2SO_4 : 32% 過酸化水素 H_2O_2 : 水 H_2O = 3 : 1 : 1 の組成比 (容量) の第 1 のエッチング液で 2 分間エッチングを行って〔図 4 (D)〕、ダイシングにより生じた加工歪を除去し、さらに、主表面の面方位が (100) である前記 GaAsP 系ペレット 20 を、 I_2 が 1 部に対し、硝酸を 60 部、弗化水素を 200 部、酢酸を 800 部のモル組成比で水溶液中に含む 30℃ の第 2 のエッチング液中で 75 秒間処理して、GaAsP 系ペレット 20 の主表面 6 及び側面 8 a, 8 b 等に粒径が 0.3 μm 以上 3 μm 以下の微細な凹凸を形成する〔図 4 (F)〕。

続いて、図 5 に示すように、GaAsP 系ペレット 20 をステム 34 上に銀ペースト 36 を介して固着し、金細線 32 でワイヤボンディング後、透明エポキシ樹脂 38 でモールドして発光ダイオード 30 を作成した。

次に、作成した発光ダイオード 30 に対して 20 mA の直流電流を流し、発光波長 580 nm の黄色光の光度を測定した〔図 4 (G)〕。光度の測定結果は、表 1 (A) に示す。次に示す比較例 1 と比較すると、光度は 88% 向上した。この光度の向上は、ペレット 20 の表面を粗面化することにより取り出し効果が向上したことを意味する。

(比較例 1)

GaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8a, 8bに微細な凹凸を形成するエッチングを施さないこと以外は実施例1と全く同様にして作成した発光ダイオード30に対して20mAの直流電流を流し、光度の測定をした結果を表1(B)に示す。

5 (実施例2)

実施例1と同様にして、波長586nmの黄色光を発光する発光ダイオード30を作成し、その光度を測定した〔表1(C)〕。次に示す比較例2と比較すると、光度は73%向上した。

(比較例2)

10 GaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8a, 8b等に微細な凹凸を形成するエッチングを施さないこと以外は実施例2と全く同様にして作成した発光ダイオード30に対して20mAの直流電流を流し、光度の測定をした結果を表1(D)に示す。

(実施例3)

15 実施例1と同様にして、波長605nmの黄褐色光を発光する発光ダイオード30を作成し、その光度を測定した〔表1(E)〕。次に示す比較例3と比較すると、光度は73%向上した。

(比較例3)

20 GaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8a, 8b等に微細な凹凸を形成するエッチングを施さないこと以外は実施例3と全く同様にして作成した発光ダイオード30に対して20mAの直流電流を流し、光度の測定をした結果を表1(F)に示す。

(実施例4)

25 実施例1と同様にして、波長630nmの橙色光を発光する発光ダイオード30を作成し、その光度を測定した〔表1(G)〕。次に示す比較例4と比較すると、光度は51%向上した。

(比較例 4)

GaAsP系ペレット20の主表面6及び8a, 8b等に微細な凹凸を形成するエッチングを施さないこと以外は実施例4と全く同様にして作成した発光ダイオード30に対して20mAの直流電流を流し、光度の測定をした結果を表1(H)に示す。

表 1

| | | 発光波長 (nm) | 発光色 | 光 度 (mcd) | 光度の向上率 (%) |
|-----|-------|--------------|-----|--------------|---------------|
| (A) | 実施例 1 | 580 | 黄 色 | 5.41 | 88 |
| (B) | 比較例 1 | 580 | 黄 色 | 2.88 | |
| (C) | 実施例 2 | 586 | 黄 色 | 6.68 | 73 |
| (D) | 比較例 2 | 586 | 黄 色 | 3.86 | |
| (E) | 実施例 3 | 605 | 黄褐色 | 4.36 | 73 |
| (F) | 比較例 3 | 605 | 黄褐色 | 2.52 | |
| (G) | 実施例 4 | 630 | 橙 色 | 4.55 | 51 |
| (H) | 比較例 4 | 630 | 橙 色 | 3.01 | |

ここで、本実施例においては第2のエッチング液の調整に沃素 I_2 を用いたが、臭素 Br_2 を沃素 I_2 の場合と同じ組成にして用いることにより、同様の結果が得られる。

また、本実施例においては黄色、黄褐色、橙色を発色する発光ダイオードについて記載したが、赤色を発色する発光ダイオードについても同様な効果が得られる。さらにまた、本実施例においてはp側電極11を主表面6上に形成した後に粗面化処理を施したので、p側電極11の下部面は粗面化されていないが、p側電極を形成する前に粗面化処理を施すと、主表面6全体を粗面にすることができることは言うまでもない。

産業上の利用可能性

以上述べたごとく、本発明によると、GaAsP系ペレットの表面を粗

- 面化して微細な凹凸を形成することにより取り出し効果を向上させることができる結果、従来よりも約50%～約90%の光度の向上を達成することができる。また、GaAsP系ペレットの主表面の粗面化は、Br₂又はI₂を水溶液中に含むエッチング液を用いることにより達成できる。より具体的には、さらに、硝酸、弗化水素、酢酸を水溶液中に含むエッチング液で粗面化処理することにより、GaAsPペレット20の主表面及び側面に微細な凹凸を形成することが可能となった。

請 求 の 範 囲

1. 主表面がGaAsP混晶からなるペレットを有する発光ダイオード
5 において、前記主表面が粗面であることを特徴とする発光ダイオード。

2. 前記ペレットの側面部が粗面であることを特徴とする請求項1記載
の発光ダイオード。

3. 前記粗面は、粒径 $0.3\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を形成し
てなることを特徴とする請求項1又は請求項2記載の発光ダイオード。

10 4. 主表面がGaAsP混晶からなるペレットを有する発光ダイオード
の製造方法において、前記ペレットを Br_2 又は I_2 を水溶液中に含むエ
ッチング液で処理して、前記ペレットの少なくとも主表面に微細な凹凸を
形成することを特徴とする発光ダイオードの製造方法。

15 5. 前記エッチング液は、硝酸、弗化水素、酢酸をさらに含む水溶液で
あることを特徴とする請求項4記載の発光ダイオードの製造方法。

6. 前記エッチング液は、 Br_2 または I_2 が1部に対し、硝酸を40
部～80部、弗化水素を40部～300部、酢酸を400部～2000部
のモル組成比で含むことを特徴とする請求項5記載の発光ダイオードの製
造方法。

| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl. ⁷ H01L33/00 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC | | |
|---|--|--|
| B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl. ⁷ H01L33/00, H01L21/306 | | |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1965-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999 | | |
| Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) | | |
| C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| X | JP, 4-42582, A (Eastman Kodak Japan K.K.), | 1, 3 |
| Y | 13 February, 1992 (13.02.92) (Family: none) | 2, 4-6 |
| X | JP, 55-163884, A (Tokyo Shibaura Denki K.K.), | 1 |
| Y | 13 February, 1980 (13.02.80) (Family: none) page 2, upper right column, the last line to page 2 lower left column, line 2 | 4-6 |
| Y | JP, 10-65211, A (Mitsubishi Chemical Corporation), 06 March, 1998 (06.03.98) (Family: none) Par. No. [0013] | 1 |
| Y | JP, 4-116162, U (Sanyo Electric Co., Ltd.), 16 October, 1992 (16.10.92) (Family: none) | 2 |
| Y | JP, 4-250674, A (Nippon Mining Co., Ltd.), 07 September, 1992 (07.09.92) (Family: none) | 4-6 |
| A | JP, 59-76492, A (Hitachi, Ltd.), 01 May, 1984 (01.05.84) (Family: none) | 4-6 |
| A | JP, 59-85868, A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), | 4-6 |
| <input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex. | | |
| * Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed | "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family | |
| Date of the actual completion of the international search 17 February, 2000 (17.02.00) | | Date of mailing of the international search report 29 February, 2000 (29.02.00) |
| Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office | | Authorized officer |
| Facsimile No. | | Telephone No. |

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| A | 17 May, 1984 (17.05.84) (Family: none) JP, 61-77327, A (NEC Corporation), 19 April, 1986 (19.04.86) (Family: none) | 4-6 |

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl'

H 01 L 33 / 00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl'

H 01 L 33 / 00, H 01 L 21 / 306

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1965-1996

日本国公開実用新案公報 1971-1999

日本国実用新案登録公報 1996-1999

日本国登録実用新案公報 1994-1999

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|--|------------------|
| X Y | JP, 4-42582, A (イーストマン・コダックジャパン株式会社) (13. 02. 92) 13. 2月. 1992 (ファミリーなし) | 1, 3 2, 4-6 |
| X Y | JP, 55-163884, A (東京芝浦電気株式会社) (13. 02. 80) 20. 12月. 1980 (ファミリーなし) 第2頁右上欄最終行~同頁左下欄第2行の記載 | 1 4-6 |
| Y | JP, 10-65211, A (三菱化学株式会社) (06. 03. 98) 6. 3月. 1998 (ファミリーなし) 段落 0013 の記載 | 1 |

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に関する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

17. 02. 00

国際調査報告の発送日

29. 02. 00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

近藤 幸浩

2K

8422

印

電話番号 03-3581-1101 内線 3253

C (続き) . 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|---|------------------|
| Y | JP, 4-116162, U (三洋電機株式会社) (16. 10. 92) (ファミリーなし) | 2 |
| Y | JP, 4-250674, A (日本鉱業株式会社) (07. 09. 92) (ファミリーなし) | 4-6 |
| A | JP, 59-76492, A (株式会社日立製作所) (01. 05. 84) (ファミリーなし) | 4-6 |
| A | JP, 59-85868, A (住友電気工業株式会社) (17. 05. 84) (ファミリーなし) | 4-6 |
| A | JP, 61-77327, A (日本電気株式会社) (19. 04. 86) (ファミリーなし) | 4-6 |

特許協力条約に基づく国際出願

願 書

出願人は、この国際出願が特許協力条約に従って処理されることを請求する。

| | |
|---------------------------------|----------------|
| 国際出願番号 | PCT/JP99/06533 |
| 国際出願日 | 24.11.99 |
| (受付印) | 受領印 |
| 出願人又は代理人の書類記号 (希望する場合、最大12字) | 75732-P-PCT |

第 I 欄 発明の名称

発光ダイオード及びその製造方法

第 II 欄 出願人

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

信越半導体株式会社 SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.
〒100-0005 日本国東京都千代田区丸の内一丁目4番2号
4-2, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-0005,
JAPAN

☐ この欄に記載した者は、
発明者でもある。

電話番号:

03-3214-1834

ファクシミリ番号:

03-3214-1883

加入電話番号:

国籍 (国名): 日本国 JAPAN

住所 (国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の
指定国についての出願人である:

☐ すべての指定国

☒ 米国を除くすべての指定国

☐ 米国のみ

☐ 追記欄に記載した指定国

第 III 欄 その他の出願人又は発明者

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

鈴木金吾 SUZUKI Kingo
〒379-0196 日本国群馬県安中市磯部二丁目13番1号
信越半導体株式会社 磯部工場内
c/o SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD., Isobe Plant,
13-1, Isobe 2-chome, Annaka-shi, Gunma 379-0196 Japan

この欄に記載した者は
次に該当する:

☐ 出願人のみである。

☒ 出願人及び発明者である。

☐ 発明者のみである。
(ここにレ印を付したとき
は、以下に記入しないこと)

国籍 (国名): 日本国 JAPAN

住所 (国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の
指定国についての出願人である:

☐ すべての指定国

☐ 米国を除くすべての指定国

☒ 米国のみ

☐ 追記欄に記載した指定国

☒ その他の出願人又は発明者が続葉に記載されている。

第 IV 欄 代理人又は共通の代表者、通知のあて名

次に記載された者は、国際機関において出願人のために行動する:

☒ 代理人

☐ 共通の代表者

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

8023 弁理士 石原 詔二 ISHIHARA Shoji
〒170-0013 日本国東京都豊島区東池袋3丁目7番8号
若井ビル302号
No. 302, Wakai Bldg., 7-8, Higashi-Ikebukuro 3-chome,
Toshima-ku, Tokyo 170-0013, JAPAN

電話番号:

03-5951-0791

ファクシミリ番号:

03-5951-0792

加入電話番号:

☐ 通知のためのあて名: 代理人又は共通の代表者が選任されておらず、上記枠内に特に通知が送付されるあて名を記載している場合は、レ印を付す。

第 III 欄の続き その他の出願人又は発明者

この続表を使用しないときは、この用紙を願書に含めないこと。

氏名（名称）及びあて名：（姓・名の順に記載；法人は公式の完全な名称を記載；あて名は郵便番号及び国名も記載）

池 田 均 IKEDA Hitoshi

〒379-0196 日本国群馬県安中市磯部二丁目 13 番 1 号

信越半導体株式会社 磯部工場内

c/o SHINETSU HANDOTAI CO., LTD., Isobe Plant

13-1, Isobe 2-chome, Annka-shi, Gunma 379-0196 Japan

この欄に記載した者は、
次に該当する：☐ 出願人のみである。☒ 出願人及び発明者である。☐ 発明者のみである。
（ここにレ印を付したとき
は、以下に記入しないこと）

国籍（国名）： 日本国 JAPAN

住所（国名）： 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の

指定国についての出願人である：

☐ すべての指定国☐ 米国を除くすべての指定国☒ 米国のみ☐ 追記欄に記載した指定国

氏名（名称）及びあて名：（姓・名の順に記載；法人は公式の完全な名称を記載；あて名は郵便番号及び国名も記載）

この欄に記載した者は、
次に該当する：☐ 出願人のみである。☐ 出願人及び発明者である。☐ 発明者のみである。
（ここにレ印を付したとき
は、以下に記入しないこと）

国籍（国名）：

住所（国名）：

この欄に記載した者は、次の

指定国についての出願人である：

☐ すべての指定国☐ 米国を除くすべての指定国☐ 米国のみ☐ 追記欄に記載した指定国

氏名（名称）及びあて名：（姓・名の順に記載；法人は公式の完全な名称を記載；あて名は郵便番号及び国名も記載）

この欄に記載した者は、
次に該当する：☐ 出願人のみである。☐ 出願人及び発明者である。☐ 発明者のみである。
（ここにレ印を付したとき
は、以下に記入しないこと）

国籍（国名）：

住所（国名）：

この欄に記載した者は、次の

指定国についての出願人である：

☐ すべての指定国☐ 米国を除くすべての指定国☐ 米国のみ☐ 追記欄に記載した指定国

氏名（名称）及びあて名：（姓・名の順に記載；法人は公式の完全な名称を記載；あて名は郵便番号及び国名も記載）

この欄に記載した者は、
次に該当する：☐ 出願人のみである。☐ 出願人及び発明者である。☐ 発明者のみである。
（ここにレ印を付したとき
は、以下に記入しないこと）

国籍（国名）：

住所（国名）：

この欄に記載した者は、次の

指定国についての出願人である：

☐ すべての指定国☐ 米国を除くすべての指定国☐ 米国のみ☐ 追記欄に記載した指定国☐ その他の出願人又は発明者が他の続表に記載されている。

第Ⅴ相関 図の指図

規則 4.9(a)の規定に基づき次の指定を行う（該当する□にレ印を付すこと：少なくとも1つの□にレ印を付すこと）。

左記の半符号

- ☐ **AP** ARIPO半符号：GH ガーナ Ghana, GM ガンビア Gambia, KE ケニア Kenya, LS レント Lesotho, MW マラウイ Malawi, SD スーダン Sudan, SL シェラ・レオネ Sierra Leone, SZ スワジランド Swaziland, UG ウガンダ Uganda, ZW ジンバブエ Zimbabwe, 及びハラレポロトコルと特許協力条約の締約国である他の国
- ☐ **EA** ユーラシア半符号：AM アルメニア Armenia, AZ アゼルバイジャン Azerbaijan, BY ベラルーシ Belarus, KG キルギス Kyrgyzstan, KZ カザフスタン Kazakhstan, MD モルドヴァ Republic of Moldova, RU ロシア Russian Federation, TJ タジキスタン Tajikistan, TM トルクメニスタン Turkmenistan, 及びユーラシア特許条約と特許協力条約の締約国である他の国
- ☒ **EP** ヨーロッパ半符号：AT オーストリア Austria, BE ベルギー Belgium, CH and LI スイス及びリヒテンシュタイン Switzerland and Liechtenstein, CY キプロス Cyprus, DE ドイツ Germany, DK デンマーク Denmark, ES スペイン Spain, FI フィンランド Finland, FR フランス France, GB 英国 United Kingdom, GR ギリシャ Greece, IE アイルランド Ireland, IT イタリア Italy, LU ルクセンブルグ Luxembourg, MC モナコ Monaco, NL オランダ Netherlands, PT ポルトガル Portugal, SE スウェーデン Sweden, 及びヨーロッパ特許条約と特許協力条約の締約国である他の国
- ☐ **OA** OAPI半符号：BF ブルキナ・ファソ Burkina Faso, BJ ベナン Benin, CF 中央アフリカ Central African Republic, CG コンゴ Congo, CI コートジボアール Côte d'Ivoire, CM カメルーン Cameroon, GA ガボン Gabon, GN ギニア Guinea, GW ギニア・ビサオ Guinea-Bissau, ML マリ Mali, MR モーリタニア Mauritania, NE ニジェール Niger, SN セネガル Senegal, TD チャード Chad, TG トーゴ Togo, 及びアフリカ知的所有権機構のメンバー国と特許協力条約の締約国である他の国（他の種類の保護又は取扱いを求める場合には点線の上に記載する）

図内半符号（他の種類の保護又は取扱いを求める場合には点線の上に記載する）

- | | |
|--|--|
| <input type="checkbox"/> AE アラブ首長国連邦 United Arab Emirates | <input type="checkbox"/> LR リベリア Liberia |
| <input type="checkbox"/> AL アルバニア Albania | <input type="checkbox"/> LS レント Lesotho |
| <input type="checkbox"/> AM アルメニア Armenia | <input type="checkbox"/> LT リトアニア Lithuania |
| <input type="checkbox"/> AT オーストリア Austria | <input type="checkbox"/> LU ルクセンブルグ Luxembourg |
| <input type="checkbox"/> AU オーストラリア Australia | <input type="checkbox"/> LV ラトヴィア Latvia |
| <input type="checkbox"/> AZ アゼルバイジャン Azerbaijan | <input type="checkbox"/> MD モルドヴァ Republic of Moldova |
| <input type="checkbox"/> BA ボスニア・ヘルツェゴヴィナ Bosnia and Herzegovina | <input type="checkbox"/> MG マダガスカル Madagascar |
| | <input type="checkbox"/> MK マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国 The former Yugoslav Republic of Macedonia |
| <input type="checkbox"/> BB バルバドス Barbados | <input type="checkbox"/> MN モンゴル Mongolia |
| <input type="checkbox"/> BG ブルガリア Bulgaria | <input type="checkbox"/> MW マラウイ Malawi |
| <input type="checkbox"/> BR ブラジル Brazil | <input type="checkbox"/> MX メキシコ Mexico |
| <input type="checkbox"/> BY ベラルーシ Belarus | <input type="checkbox"/> NO ノールウェー Norway |
| <input type="checkbox"/> CA カナダ Canada | <input type="checkbox"/> NZ ニュー・ジーランド New Zealand |
| <input type="checkbox"/> CH and LI スイス及びリヒテンシュタイン Switzerland and Liechtenstein | <input type="checkbox"/> PL ポーランド Poland |
| <input type="checkbox"/> CN 中国 China | <input type="checkbox"/> PT ポルトガル Portugal |
| <input type="checkbox"/> CU キューバ Cuba | <input type="checkbox"/> RO ルーマニア Romania |
| <input type="checkbox"/> CZ チェッコ Czech Republic | <input type="checkbox"/> RU ロシア Russian Federation |
| <input type="checkbox"/> DE ドイツ Germany | <input type="checkbox"/> SD スーダン Sudan |
| <input type="checkbox"/> DK デンマーク Denmark | <input type="checkbox"/> SE スウェーデン Sweden |
| <input type="checkbox"/> EE エストニア Estonia | <input type="checkbox"/> SG シンガポール Singapore |
| <input type="checkbox"/> ES スペイン Spain | <input type="checkbox"/> SI スロヴェニア Slovenia |
| <input type="checkbox"/> FI フィンランド Finland | <input type="checkbox"/> SK スロヴァキア Slovakia |
| <input type="checkbox"/> GB 英国 United Kingdom | <input type="checkbox"/> SL シェラ・レオネ Sierra Leone |
| <input type="checkbox"/> GD グレナダ Grenada | <input type="checkbox"/> TJ タジキスタン Tajikistan |
| <input type="checkbox"/> GE グルジア Georgia | <input type="checkbox"/> TM トルクメニスタン Turkmenistan |
| <input type="checkbox"/> GH ガーナ Ghana | <input type="checkbox"/> TR トルコ Turkey |
| <input type="checkbox"/> GM ガンビア Gambia | <input type="checkbox"/> TT トリニダード・トバゴ Trinidad and Tobago |
| <input type="checkbox"/> HR クロアチア Croatia | <input type="checkbox"/> UA ウクライナ Ukraine |
| <input type="checkbox"/> HU ハンガリー Hungary | <input type="checkbox"/> UG ウガンダ Uganda |
| <input type="checkbox"/> ID インドネシア Indonesia | <input checked="" type="checkbox"/> US 米国 United States of America |
| <input type="checkbox"/> IL イスラエル Israel | |
| <input type="checkbox"/> IN インド India | <input type="checkbox"/> UZ ウズベキスタン Uzbekistan |
| <input type="checkbox"/> IS アイスランド Iceland | <input type="checkbox"/> VN ヴィエトナム Viet Nam |
| <input type="checkbox"/> JP 日本 Japan | <input type="checkbox"/> YU ユーゴスラヴィア Yugoslavia |
| <input type="checkbox"/> KE ケニア Kenya | <input type="checkbox"/> ZA 南アフリカ共和国 South Africa |
| <input type="checkbox"/> KG キルギス Kyrgyzstan | <input type="checkbox"/> ZW ジンバブエ Zimbabwe |
| <input type="checkbox"/> KP 北朝鮮 Democratic People's Republic of Korea | |
| <input checked="" type="checkbox"/> KR 韓国 Republic of Korea | |
| <input type="checkbox"/> KZ カザフスタン Kazakhstan | |
| <input type="checkbox"/> LC セント・ルシア Saint Lucia | |
| <input type="checkbox"/> LK スリ・ランカ Sri Lanka | |

下の□は、この様式の施行後に特許協力条約の締約国となった国を指定するためのものである

指定の確認の宣誓：出願人は、上記の指定に加えて、規則 4.9(b)の規定に基づき、特許協力条約の下で認められる他の全ての国の指定を行う。ただし、この宣誓から除く旨の表示を追記欄にした国は、指定から除かれる。出願人は、これらの追加される指定が確認を条件としていること、並びに優先日から15月が経過する前にその確認がなされない指定は、この期間の経過時に、出願人によって取り下げられたものとみなされることを宣誓する。（指定の確認は、指定を特許する通知の提出と指定手数料及び確認手数料の納付からなる。この確認は、優先日から15月以内に受理官庁へ提出しなければならない。）

第VI欄 優先権の主張

☐ 他の優先権の主張（先の出願）が追記欄に記載されている

| 先の出願日 (日. 月. 年) | 先の出願番号 | 先の出願 | | |
|--------------------|----------------------|-----------|---------------|--------------|
| | | 国内出願 : 国名 | 広域出願 : *広域官庁名 | 国際出願 : 受理官庁名 |
| (1) 28. 12. 98 | 平成10年特許願 第373153号 | 日本国 JAPAN | | |
| (2) | | | | |
| (3) | | | | |

☒ 上記()の番号の先の出願（ただし、本国際出願が提出される受理官庁に対して提出されたものに限る）のうち、次の()の番号のものについては、出願書類の認証謄本を作成し国際事務局へ送付することを、受理官庁（日本国特許庁の長官）に対して請求している。

(1)

*先の出願が、ARIPOの特許出願である場合には、その先の出願を行った工業所有権の保護のためのパリ条約同盟国の少なくとも1ヶ国を追記欄に表示しなければならない（規則4.10(b)(ii)）。追記欄を参照。

第VII欄 国際調査機関

国際調査機関 (ISA) の選択

先の調査結果の利用請求：当該調査の照会（先の調査が、国際調査機関によって既に実施又は請求されている場合）

出願日 (日. 月. 年)

出願番号

国名（又は広域官庁）

ISA / J P

第VIII欄 照会欄 : 出願の言語

この国際出願の用紙の枚数は次のとおりである。

願書 4 枚
 明細書（配列表を除く） 11 枚
 請求の範囲 1 枚
 要約書 1 枚
 図面 5 枚
 明細書の配列表 枚

合計 22 枚

この国際出願には、以下にチェックした書類が添付されている。

- | | |
|---|---|
| 1. <input checked="" type="checkbox"/> 手数料計算用紙 | 5. <input type="checkbox"/> 優先権書類（上記第VI欄の()の番号を記載する） |
| <input checked="" type="checkbox"/> 納付する手数料に相当する特許印紙を貼付した書面 | 6. <input type="checkbox"/> 国際出願の翻訳文（翻訳に使用した言語名を記載する） |
| <input checked="" type="checkbox"/> 国際事務局の口座への振込みを証明する書面 | 7. <input type="checkbox"/> 寄託した微生物又は他の生物材料に関する書面 |
| 2. <input checked="" type="checkbox"/> 別個の記名押印された委任状 | 8. <input type="checkbox"/> スクレオチド又はアミノ酸配列表（フレキシブルディスク） |
| 3. <input type="checkbox"/> 包括委任状の写し | 9. <input type="checkbox"/> その他（書名を詳細に記載する） |
| 4. <input type="checkbox"/> 記名押印（署名）の説明書 | |

要約書とともに提示する図面：

☒ 1

本国際出願の使用言語名：

日本語

第IX欄 提出者の記名押印

各人の氏名（名称）を記載し、その次に押印する。

石原 詔二



1. 国際出願として提出された書類の実際の受理の日

受理官庁記入欄

2. 図面

3. 国際出願として提出された書類を補完する書類又は図面であって

☐ 受理された

その後期間内に提出されたものの実際の受理の日（訂正日）

☐ 不足図面がある

4. 特許協力条約第11条(2)に基づく必要な補完の期間内の受理の日

5. 出願人により特定された
国際調査機関

ISA / J P

6. ☐調査手数料未払いにつき、国際調査機関に
調査用写しを送付していない

国際事務局記入欄

記録原本の受理の日

mt

EP



PCT

国際調査報告

(法 8 条、法施行規則第 40、41 条)
[PCT 18 条、PCT 規則 43、44]

| | | |
|-------------------------------|---|---------------------------|
| 出願人又は代理人 の書類記号 75732-P-PCT | 今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220) 及び下記 5 を参照すること。 | |
| 国際出願番号 PCT/JP99/06533 | 国際出願日 (日.月.年) 24. 11. 99 | 優先日 (日.月.年) 28. 12. 98 |
| 出願人 (氏名又は名称) 信越半導体株式会社 | | |

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第 41 条 (PCT 18 条) の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない (第 I 欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している (第 II 欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第 III 欄に示されているように、法施行規則第 47 条 (PCT 規則 38.2(b)) の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から 1 カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 1 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷

H01L33/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷

H01L33/00, H01L21/306

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1965-1996

日本国公開実用新案公報 1971-1999

日本国実用新案登録公報 1996-1999

日本国登録実用新案公報 1994-1999

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|---|------------------|
| X Y | JP, 4-42582, A (イーストマン・コダックジャパン株式会社) 13. 2月. 1992 (13. 02. 92) (ファミリーなし) | 1, 3 2, 4-6 |
| X Y | JP, 55-163884, A (東京芝浦電気株式会社) 20. 12月. 1980 (13. 02. 80) (ファミリーなし) 第2頁右上欄最終行~同頁左下欄第2行の記載 | 1 4-6 |
| Y | JP, 10-65211, A (三菱化学株式会社) 6. 3月. 1998 (06. 03. 98) (ファミリーなし) 段落0013の記載 | 1 |

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

17. 02. 00

国際調査報告の発送日

29.02.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

近藤 幸浩

25印
藤

2K

8422

電話番号 03-3581-1101 内線 3253

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | |
|-----------------------|---|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| Y | JP, 4-116162, U (三洋電機株式会社) (16. 10. 92) (ファミリーなし) | 2 |
| Y | JP, 4-250674, A (日本鉱業株式会社) (07. 09. 92) (ファミリーなし) | 4-6 |
| A | JP, 59-76492, A (株式会社日立製作所) (01. 05. 84) (ファミリーなし) | 4-6 |
| A | JP, 59-85868, A (住友電気工業株式会社) (17. 05. 84) (ファミリーなし) | 4-6 |
| A | JP, 61-77327, A (日本電気株式会社) (19. 04. 86) (ファミリーなし) | 4-6 |

従来よりも光強度が大幅に改善された燐化砒化ガリウムGaAsP混晶を構成材料とする発光ダイオード（GaAsP系LED）、及びその製造方法を提供する。

主表面がGaAsP混晶からなるペレットを有する発光ダイオードにおいて、前記主表面が粗面であるようにした。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

| | | | | | | | |
|----|--------------|----|---------|----|-------------------|----|------------|
| AE | アラブ首長国連邦 | DM | ドミニカ | KZ | カザフスタン | RU | ロシア |
| AG | アンティグア・バーブーダ | DZ | アルジェリア | LC | セントルシア | SD | スーダン |
| AL | アルバニア | EE | エストニア | LI | リヒテンシュタイン | SE | スウェーデン |
| AM | アルメニア | ES | スペイン | LK | スリ・ランカ | SG | シンガポール |
| AT | オーストリア | FI | フィンランド | LR | リベリア | SI | スロヴェニア |
| AU | オーストラリア | FR | フランス | LS | レソト | SK | スロヴァキア |
| AZ | アゼルバイジャン | GA | ガボン | LT | リトアニア | SL | シエラ・レオネ |
| BA | ボスニア・ヘルツェゴビナ | GB | 英国 | LU | ルクセンブルグ | SN | セネガル |
| BB | バルバドス | GD | グレナダ | LV | ラトヴィア | SZ | スワジランド |
| BE | ベルギー | GE | グルジア | MA | モロッコ | TD | チャード |
| BF | ブルキナ・ファソ | GH | ガーナ | MC | モナコ | TG | トーゴ |
| BG | ブルガリア | GM | ガンビア | MD | モルドヴァ | TJ | タジキスタン |
| BJ | ベナン | GN | ギニア | MG | マダガスカル | TM | トルクメニスタン |
| BR | ブラジル | GR | ギリシャ | MK | マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国 | TR | トルコ |
| BY | ベラルーシ | GW | ギニア・ビサウ | ML | マリ | TT | トリニダード・トバゴ |
| CA | カナダ | HR | クロアチア | MN | モンゴル | TZ | タンザニア |
| CF | 中央アフリカ | HU | ハンガリー | MR | モーリタニア | UA | ウクライナ |
| CG | コンゴ | ID | インドネシア | MW | マラウイ | UG | ウガンダ |
| CH | スイス | IE | アイルランド | MX | メキシコ | US | 米国 |
| CI | コートジボアール | IL | イスラエル | MZ | モザンビーク | UZ | ウズベキスタン |
| CM | カメルーン | IN | インド | NE | ニジェール | VN | ヴェトナム |
| CN | 中国 | IS | アイスランド | NL | オランダ | YU | ユーゴスラヴィア |
| CR | コスタ・リカ | IT | イタリア | NO | ノールウェー | ZA | 南アフリカ共和国 |
| CU | キューバ | JP | 日本 | NZ | ニュー・ジーランド | ZW | ジンバブエ |
| CY | キプロス | KE | ケニア | PL | ポーランド | | |
| CZ | チェッコ | KG | キルギスタン | PT | ポルトガル | | |
| DE | ドイツ | KP | 北朝鮮 | RO | ルーマニア | | |
| DK | デンマーク | KR | 韓国 | | | | |

明 細 書

発光ダイオード及びその製造方法

5 技術分野

本発明は、発光ダイオード〔以下、単に「LED (Light Emitting Diodeの略)」と記載することがある。〕及びその製造方法、特に燐化砒化ガリウム $GaAs_{1-x}P_x$ 混晶（以下、単に「GaAsP」と記載することがある。）を構成材料とする発光ダイオード（以下、単に「GaAsP系LED」と記載することがある。）及びその製造方法に関する。

背景技術

燐化砒化ガリウム $GaAs_{1-x}P_x$ 混晶を構成材料とする発光ダイオードは、混晶率 x の組成を変化させることにより禁止帯エネルギー間隙を変化させて、波長 583 nm の黄色 ($x = 0.90$)、波長 626 nm の橙色 ($x = 0.65$)、又は波長 648 nm の赤色 ($x = 0.50$) 等を発光させることができ、表示装置等の光源として使用されている。

一般に、LED では高い光強度が要求される。LED の発光効率は、内部量子効率及び取り出し効率によって決まる。内部量子効率はLED の構成材料の組成により決定されるものであるので、発光効率を高めるためには、LED 内部での光吸収による損失や、光放出面と空気との界面での全反射により外部に取り出されない光の損失を抑えることにより取り出し効率を高くする必要がある。

光の取り出し効率を高くするために、p-n 接合を有する半導体ウェーハをチップ状に 1 つ 1 つ切断して得られるペレット (pellet) の表面を粗面化する処理方法は、既に知られている（特開平 4-354382 号、特

開平 6-151959 号等)。ペレットの表面を粗面化すると、光放出面と空気との界面で光が全反射する確率が下がるので、取り出し効率を高くすることができると考えられる。

ペレットの表面を粗面化するには、湿式エッチングが簡便である。例えば、
5 燐化ガリウム GaP 系のペレットの場合は、塩酸即ち HCl 水溶液によるエッチングで粗面化することができる（特開平 4-354382 号）。また $AlGaAs$ 混晶表面の粗面化には、フッ化水素酸（特開平 6-151959 号）や硝酸：硫酸 = 95 : 5 の混合液（特開平 10-200156 号）が有効である。

10 しかしながら、燐化砒化ガリウム $GaAsP$ 混晶に対しては、ペレットの主表面を粗面化するのに好ましいエッチング液の開発に未だ成功しておらず、図 6 のように $GaAsP$ 混晶系のペレット 40 の主表面 46 は鏡面状態のままであった。

ここで、 $GaAsP$ 混晶系のペレット 40 は、例えば、 n 型 GaP 単結
15 晶基板 41 上に、 n 型 GaP エピタキシャル層 42、混晶率 x が変化する n 型 $GaAs_{1-x}P_x$ 混晶率変化層 43、窒素を添加した n 型 $GaAs_{1-x}P_x$ 混晶率一定層 44、45 を順次積層した後に、 $GaAs_{1-x}P_x$ 混晶率一定層 45 の表面より亜鉛 Zn を拡散させて該 $GaAs_{1-x}P_x$ 混晶率一定層 45 を p 型に反転させて、混晶率一定層 44 と 45 の境界に $p-n$ 接合を形成し、続いて、主表面 46 と主裏面 47 に金合金を蒸着して、 p 側電極 51 と n 側電極 52 を形成し、最後に、ダイシングによりチップ状に切断することにより得られる。
20

図 6 において、48a, 48b はペレット側面のことであり、ダイシングによりチップ状にする際に、その切断面として主表面 46 とほぼ直角を
25 なすようにして形成される。なお、ペレット側面は、図 6 に示される 48a, 48b の他に、さらに 2 面ある。

本発明者は、GaAsP 混晶の少なくとも主表面に対して粗面化処理の可能なエッチング液を開発すべく研究を重ねたところ、臭素 Br_2 又は沃素 I_2 を水溶液中に含むエッチング液が好適であることを見出した。このエッチング液を用いて種々実験を続けることによって、本発明に到達したものである。

本発明は、従来よりも光強度が大幅に改善された燐化砒化ガリウム GaAsP 混晶を構成材料とする発光ダイオード (GaAsP 系 LED)、及びその製造方法を提供することを目的とする。

10 発明の開示

本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、主表面が GaAsP 混晶からなるペレットを有する発光ダイオードにおいて、前記主表面が粗面であることを特徴とする。

前記ペレットの側面部が粗面であると、より高い取り出し効果を達成することができる。また前記粗面は、粒径 $0.3 \mu\text{m}$ 以上 $3 \mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を形成してなることが好ましい。

本発明の発光ダイオードの製造方法は、主表面が GaAsP 混晶からなるペレットを有する発光ダイオードの製造方法において、前記ペレットを Br_2 または I_2 を水溶液中に含むエッチング液で処理して、前記ペレットの少なくとも主表面に微細な凹凸を形成することを特徴とする。

前記エッチング液は、硝酸、弗化水素、酢酸をさらに含む水溶液であることが好ましい。また、前記エッチング液は、 Br_2 または I_2 が 1 部に対し、硝酸を 40～80 部、弗化水素を 40 部～300 部、酢酸を 400 部～2000 部のモル組成比で含むのがさらに好適である。

25

図面の簡単な説明

図 1 は、本発明の発光ダイオード用ペレットの主表面及び側面を示す概略断面図である。

図 2 は、光放出面に対する光の到達角度と光の透過及び反射状態を示す説明図で、図 2 (A) は光が透過する場合、図 2 (B) は光が反射する場合をそれぞれ示す。

図 3 は、光放出面に微細な凹凸を形成した場合の光の到達角度と光の透過及び反射状態を示す説明図で、図 3 (A) は凹凸の粒径が $0.3 \mu\text{m}$ 以上 $3 \mu\text{m}$ 以下である場合、図 3 (B) は凹凸の粒径が $3 \mu\text{m}$ を越える場合及び図 3 (C) は $0.3 \mu\text{m}$ に満たない場合をそれぞれ示す。

図 4 は、本発明の発光ダイオードの製造方法の手順を示すフローチャートである。

図 5 は、発光ダイオードの作成例を示す説明図である。

図 6 は、従来の発光ダイオード用ペレットの主表面及び側面を示す概略断面図である。

発明を実施するための最良の形態

以下に、本発明に係る発光ダイオード及びその製造方法について添付図面を参照して詳細に説明するが、これらの実施の形態は例示的に示されるもので、本発明の技術思想から逸脱しない限り種々の変形が可能なことはいうまでもない。

図 1 は、本発明の燐化砒化ガリウム GaAsP を構成材料とする発光ダイオード用ペレット（以下、単に「 GaAsP 系ペレット」ということがある。）を示す概略断面図である。

図 1 に示すように GaAsP 混晶からなる主表面 6 は、光の取り出し効率を良くするために湿式エッチングにより粗面化されており、その粒径が $0.3 \mu\text{m}$ 以上 $3 \mu\text{m}$ 以下になるようにエッチング条件が調整されている

。

燐化砒化ガリウムGaAsP混晶により発光する光は、ピーク波長で黄色の約580nmから赤色の約650nmまでの600nm前後の波長であり、前記ペレット20の主表面6の粒径がこの波長域よりやや広い0.

5 3μm以上3μm以下になるように粗面化の程度を調整すると、光の全反射する確率がうまく下がるので、光の取り出し効率が上がるのである。

光の取り出し効率について、さらに詳しく説明する。上記したように、高い光強度を得るためには、光放出面と空気との界面における全反射により外部に取り出されない光の割合を小さくすることにより、光の取り出し
10 効率を高くする必要がある。

波長600nm近傍において、GaPの屈折率nが約3.3、GaAsの屈折率nが約3.8であることから、それらの混晶であるGaAsPの屈折率nは、約3.3～約3.8である。このように大きな屈折率nから屈折率=1の空気へ光が入射する場合の全反射臨界角θは、

15
$$\theta = \sin^{-1}(1/n)$$

で表わされるので、屈折率n=約3.3～約3.8のGaAsPの場合、全反射臨界角θ=約15°～約18°となる。

すなわち、光放出面が図2に示すように平面の場合は、平面に対して垂直に近い角度で、かつこの全反射臨界角θよりも小さい角度内で界面に到達した光のみが、空気中に放出される〔図2(A)〕。そして、全反射臨
20 界角θよりも大きな角度で界面に到達した光は全反射してしまい、結晶内部に反射して吸収されてしまう〔図2(B)〕。

そこで、光放出面と空気との界面を平面ではなく、微細な凹凸が形成されるように湿式エッチングにより粗面化するのである。図3に示すように
25 、界面に微細な凹凸が形成されると、全反射臨界角θよりも大きな角度で界面に到達した光に対しても、局部的には全反射臨界角θよりも小さい角

度を有する凸面が存在するので、その凸面から光が空気中に透過することができるのである〔図 3 (A)〕。

GaAsP 混晶の場合、微細な凹凸粒径は、 $0.3\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい〔図 3 (A)〕。微細な凹凸の粒径が $3\mu\text{m}$ を越える場合には、上記光の波長に対しては凹凸が緩やかすぎて局部的な鏡面として作用する〔図 3 (B)〕。また逆に、微細な凹凸の粒径が $0.3\mu\text{m}$ に満たない場合には、光の波長に対する凹凸のレベルが小さすぎて実質的に鏡面と同じになってしまう〔図 3 (C)〕。ここで、本発明において微細な凹凸の粒径とは、図 3 に示すように、ある凸状物の立ち上がりから隣接する凸状物の立ち上がりまでの長さのことである。また、図 3 において、界面の微細な凹凸は半円の連続として描写してあるが、空気側に突起した断面円弧状の凹凸が密集して形成されていればよい。

図 1 において、粒径が $0.3\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を有する粗面を、主表面 6 のみならず、ペレット側面 8 (8a, 8b、さらに図 1 に示されていない他の 2 側面を含む) にも形成すると、光の取り出し効果が一層高くなる。

次に、本発明に係る発光ダイオードの製造方法について、図 4 を用いて説明する。

まず、主表面の面方位が (100) である n 型 GaP 単結晶基板 1 上に、n 型 GaP エピタキシャル層 2、混晶率 x が変化する n 型 $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ 混晶率変化層 3、窒素を添加した n 型 $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ 混晶率一定層 4、5 を順次積層した後に、 $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ 混晶率一定層 5 の表面より亜鉛 Zn を拡散させて該 $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ 混晶率一定層 5 を p 型に反転させ、混晶率一定層 4 と 5 の境界に p-n 接合を有する GaAsP エピタキシャルウェーハ 10 を得る〔工程 (A)〕。

続いて、GaAsP エピタキシャルウェーハ 10 の主表面 6 と主裏面 7

に金合金を蒸着して、p側電極11とn側電極12を形成する〔工程(B)〕。そして、n型電極12を覆うようにして粘着シート13にGaAsPエピタキシャルウェーハ10を貼り付けて、該GaAsPエピタキシャルウェーハ10をダイシングにより $0.3\text{ mm} \times 0.3\text{ mm}$ □のペレット20に切断する〔工程(C)〕。

さらに、切断されたペレット20を、96%硫酸 H_2SO_4 ：32%過酸化水素 H_2O_2 ：水 H_2O =3：1：1の組成比(容量)の第1のエッチング液で2分間エッチングを行い、ダイシングにより生じた加工歪を除去する〔工程(D)〕。

次に、粒径が $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を、GaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8に形成するため、ペレット20を臭素 Br_2 又は沃素 I_2 を水溶液中に含む第2のエッチング液で処理する〔工程(F)〕。従来、GaAsP混晶の粗面化処理のために、 Br_2 又は I_2 を含むエッチング液は用いられていなかった。このエッチングの際、ペレット20の主裏面7を粘着シート13で覆って第2のエッチング液から保護し、粗面化されないようにする。主裏面7は、粗面よりも鏡面状態のほうが主裏面7側から光が逃げないので取り出し効果を向上させることができて好ましい。

より具体的には、 Br_2 又は I_2 の他に、 Br_2 又は I_2 が1部に対し、硝酸 HNO_3 を40部～80部、弗化水素 HF を40部～300部、酢酸 CH_3COOH を400部～2000部のモル組成比で水溶液中にさらに含む第2のエッチング液を調整後、該第2のエッチング液中でGaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8a、8b等を所定時間エッチングし、粒径が $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を有する粗面を形成する。最適なエッチング時間は、GaAsP系ペレットの混晶率やエッチング液の組成により多少異なる。上記第2のエッチング液はGaAsP混晶のみ

ならず、ペレット 20 の側面に一部露出している GaP をも粗面化するので、第 2 のエッチング液に曝されている主表面 6 及び側面 8 a, 8 b 等全体が粗面化される。

以下に、本発明におけるエッチング条件と、該エッチングにより得られた微細な凹凸を有する GaAsP 混晶をペレットの構成材料とする発光ダイオードの光度とについて、さらに具体的な例をあげて説明する。以下の具体例は例示的に示されるもので、限定的に解釈されるべきでないことはいうまでもない。

(実施例 1)

96% 硫酸 H_2SO_4 : 32% 過酸化水素 H_2O_2 : 水 H_2O = 3 : 1 : 1 の組成比 (容量) の第 1 のエッチング液で 2 分間エッチングを行って〔図 4 (D)〕、ダイシングにより生じた加工歪を除去し、さらに、主表面の面方位が (100) である前記 GaAsP 系ペレット 20 を、 I_2 が 1 部に対し、硝酸を 60 部、弗化水素を 200 部、酢酸を 800 部のモル組成比で水溶液中に含む 30℃ の第 2 のエッチング液中で 75 秒間処理して、GaAsP 系ペレット 20 の主表面 6 及び側面 8 a, 8 b 等に粒径が 0.3 μm 以上 3 μm 以下の微細な凹凸を形成する〔図 4 (F)〕。

続いて、図 5 に示すように、GaAsP 系ペレット 20 をステム 34 上に銀ペースト 36 を介して固着し、金細線 32 でワイヤボンディング後、透明エポキシ樹脂 38 でモールドして発光ダイオード 30 を作成した。

次に、作成した発光ダイオード 30 に対して 20 mA の直流電流を流し、発光波長 580 nm の黄色光の光度を測定した〔図 4 (G)〕。光度の測定結果は、表 1 (A) に示す。次に示す比較例 1 と比較すると、光度は 88% 向上した。この光度の向上は、ペレット 20 の表面を粗面化することにより取り出し効果が向上したことを意味する。

(比較例 1)

GaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8a, 8bに微細な凹凸を形成するエッチングを施さないこと以外は実施例1と全く同様にして作成した発光ダイオード30に対して20mAの直流電流を流し、光度の測定をした結果を表1(B)に示す。

5 (実施例2)

実施例1と同様にして、波長586nmの黄色光を発光する発光ダイオード30を作成し、その光度を測定した〔表1(C)〕。次に示す比較例2と比較すると、光度は73%向上した。

(比較例2)

10 GaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8a, 8b等に微細な凹凸を形成するエッチングを施さないこと以外は実施例2と全く同様にして作成した発光ダイオード30に対して20mAの直流電流を流し、光度の測定をした結果を表1(D)に示す。

(実施例3)

15 実施例1と同様にして、波長605nmの黄褐色光を発光する発光ダイオード30を作成し、その光度を測定した〔表1(E)〕。次に示す比較例3と比較すると、光度は73%向上した。

(比較例3)

20 GaAsP系ペレット20の主表面6及び側面8a, 8b等に微細な凹凸を形成するエッチングを施さないこと以外は実施例3と全く同様にして作成した発光ダイオード30に対して20mAの直流電流を流し、光度の測定をした結果を表1(F)に示す。

(実施例4)

25 実施例1と同様にして、波長630nmの橙色光を発光する発光ダイオード30を作成し、その光度を測定した〔表1(G)〕。次に示す比較例4と比較すると、光度は51%向上した。

(比較例 4)

GaAsP系ペレット20の主表面6及び8a, 8b等に微細な凹凸を形成するエッチングを施さないこと以外は実施例4と全く同様にして作成した発光ダイオード30に対して20mAの直流電流を流し、光度の測定
5 をした結果を表1(H)に示す。

表 1

| | | 発光波長 (nm) | 発光色 | 光 度 (mcd) | 光度の向上率 (%) |
|-----|-------|--------------|-----|--------------|---------------|
| (A) | 実施例 1 | 580 | 黄 色 | 5.41 | 88 |
| (B) | 比較例 1 | 580 | 黄 色 | 2.88 | |
| (C) | 実施例 2 | 586 | 黄 色 | 6.68 | 73 |
| (D) | 比較例 2 | 586 | 黄 色 | 3.86 | |
| (E) | 実施例 3 | 605 | 黄褐色 | 4.36 | 73 |
| (F) | 比較例 3 | 605 | 黄褐色 | 2.52 | |
| (G) | 実施例 4 | 630 | 橙 色 | 4.55 | 51 |
| (H) | 比較例 4 | 630 | 橙 色 | 3.01 | |

ここで、本実施例においては第2のエッチング液の調整に沃素 I_2 を用いたが、臭素 Br_2 を沃素 I_2 の場合と同じ組成にして用いることにより、
10 同様の結果が得られる。

また、本実施例においては黄色、黄褐色、橙色を発色する発光ダイオードについて記載したが、赤色を発色する発光ダイオードについても同様な効果が得られる。さらにまた、本実施例においてはp側電極11を主表面6上に形成した後粗面化処理を施したので、p側電極11の下部面は粗
15 面化されていないが、p側電極を形成する前に粗面化処理を施すと、主表面6全体を粗面にすることができることは言うまでもない。

産業上の利用可能性

以上述べたごとく、本発明によると、GaAsP系ペレットの表面を粗

面化して微細な凹凸を形成することにより取り出し効果を向上させることができる結果、従来よりも約50%～約90%の光度の向上を達成することができる。また、GaAsP系ペレットの主表面の粗面化は、Br₂又はI₂を水溶液中に含むエッチング液を用いることにより達成できる。より具体的には、さらに、硝酸、弗化水素、酢酸を水溶液中に含むエッチング液で粗面化処理することにより、GaAsPペレット20の主表面及び側面に微細な凹凸を形成することが可能となった。

請 求 の 範 囲

1. 主表面がGaAsP混晶からなるペレットを有する発光ダイオード
5 において、前記主表面が粗面であることを特徴とする発光ダイオード。
2. 前記ペレットの側面部が粗面であることを特徴とする請求項1記載
の発光ダイオード。
3. 前記粗面は、粒径 $0.3\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸を形成し
てなることを特徴とする請求項1又は請求項2記載の発光ダイオード。
- 10 4. 主表面がGaAsP混晶からなるペレットを有する発光ダイオード
の製造方法において、前記ペレットを Br_2 又は I_2 を水溶液中に含むエ
ッチング液で処理して、前記ペレットの少なくとも主表面に微細な凹凸を
形成することを特徴とする発光ダイオードの製造方法。
- 15 5. 前記エッチング液は、硝酸、弗化水素、酢酸をさらに含む水溶液で
あることを特徴とする請求項4記載の発光ダイオードの製造方法。
6. 前記エッチング液は、 Br_2 または I_2 が1部に対し、硝酸を40
部～80部、弗化水素を40部～300部、酢酸を400部～2000部
のモル組成比で含むことを特徴とする請求項5記載の発光ダイオードの製
造方法。

図 1

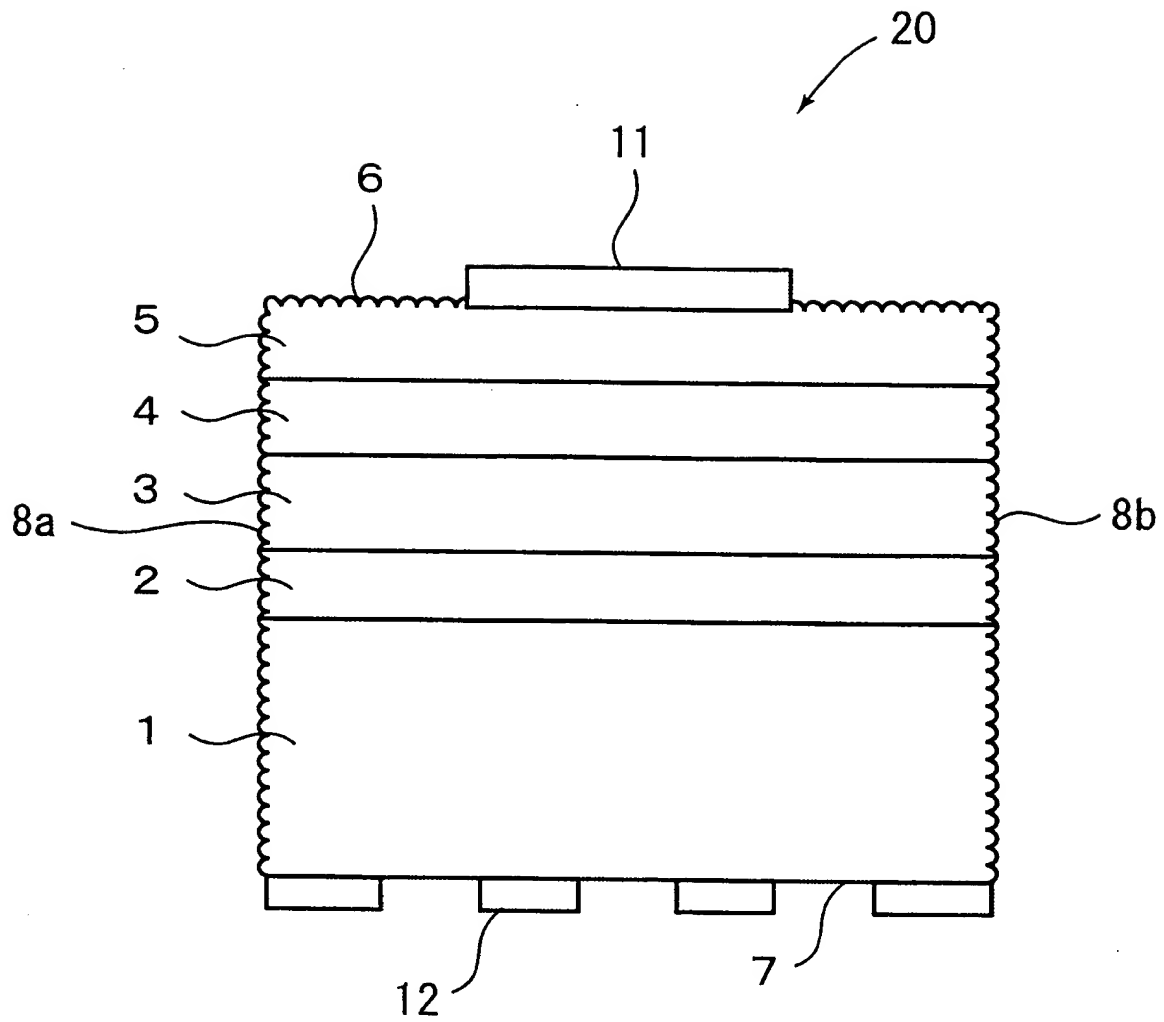
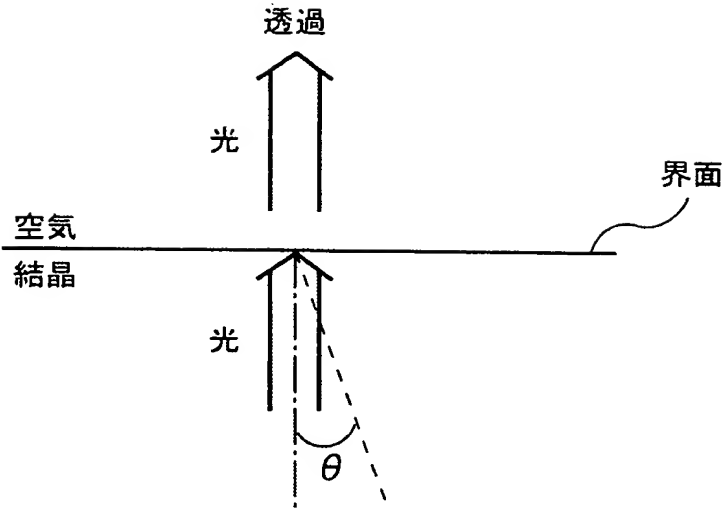


図 2

(A)



(B)

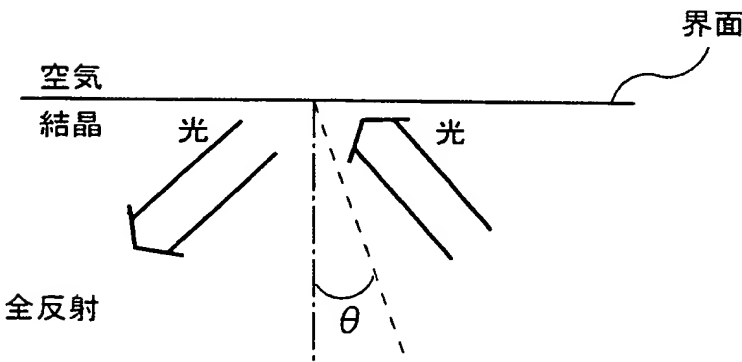
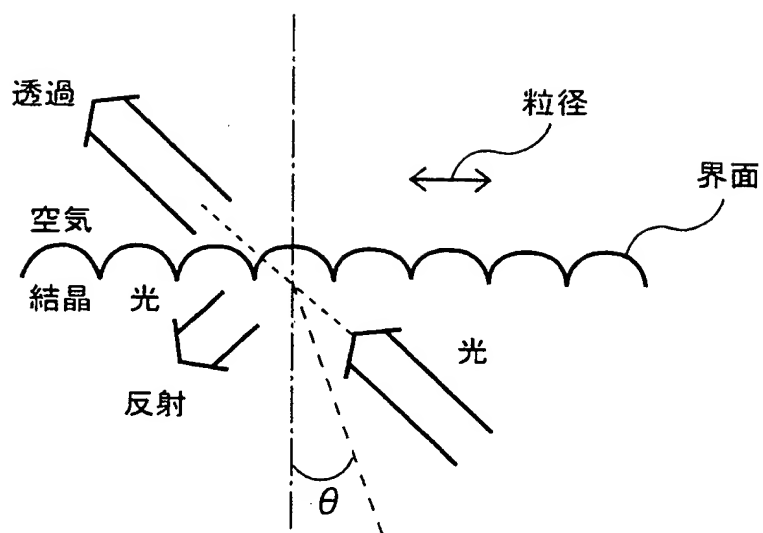
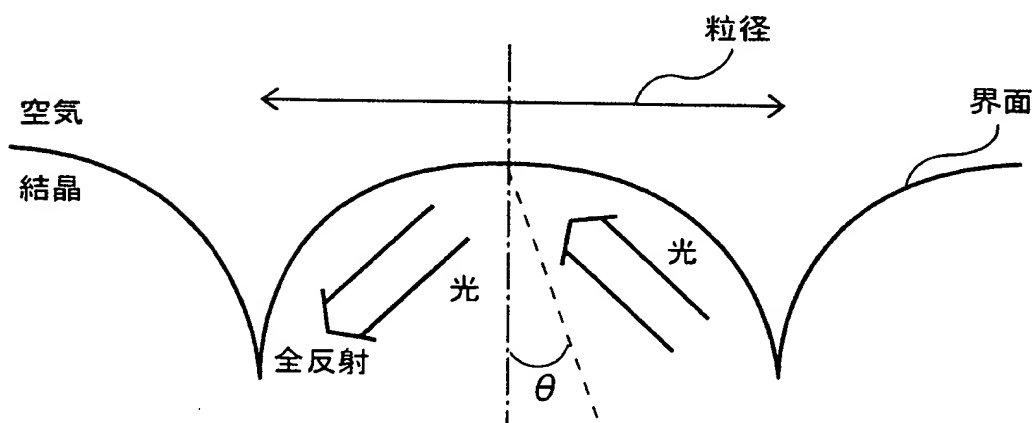


图 3

(A)



(B)



(C)

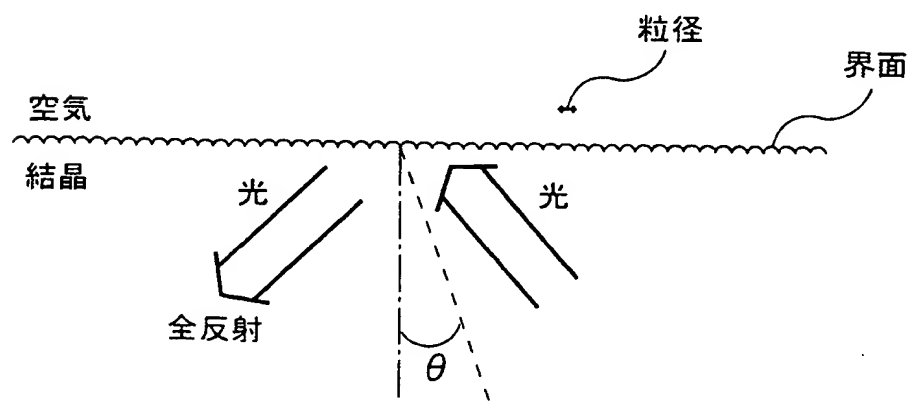


図 4

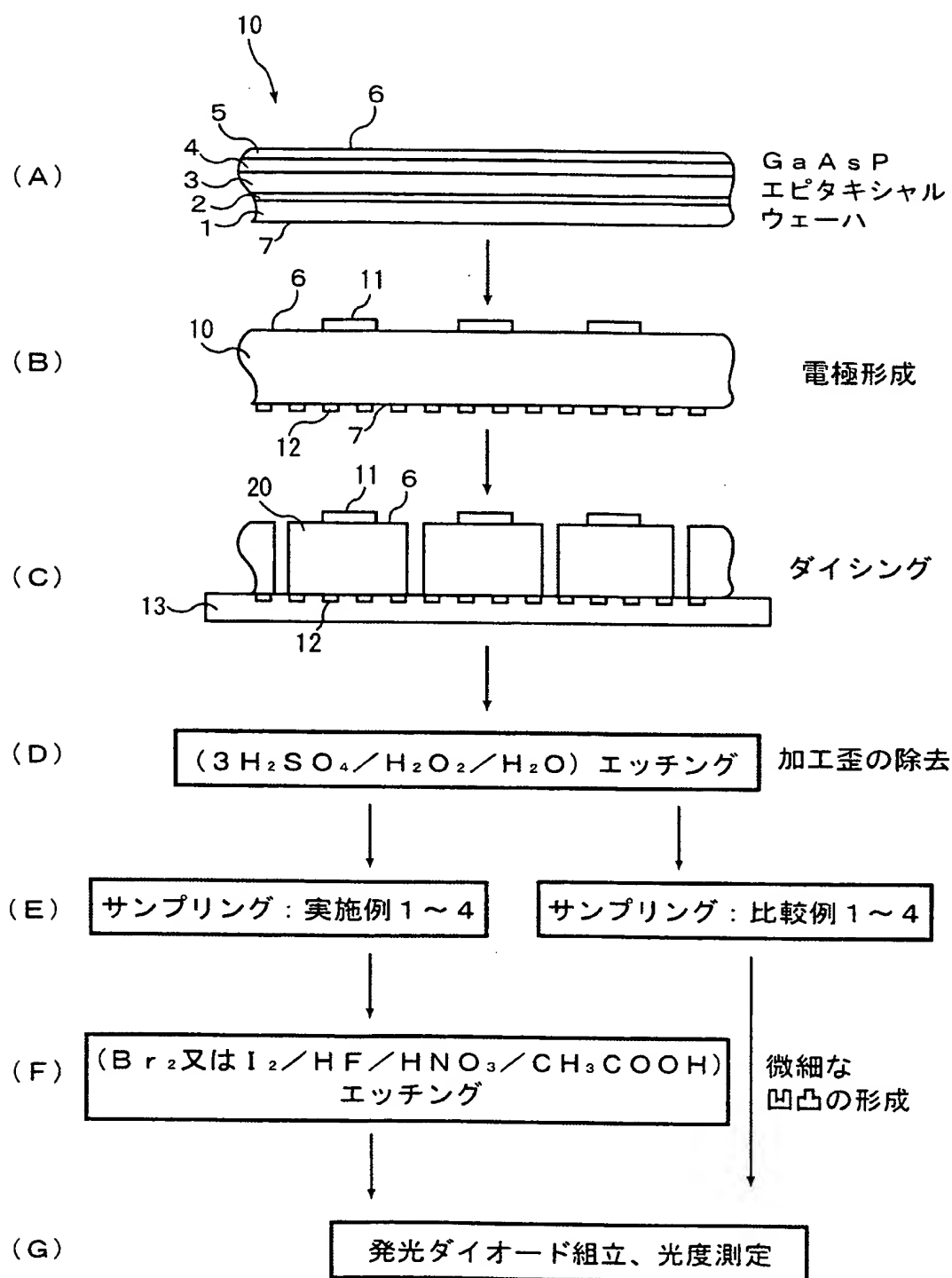


図 5

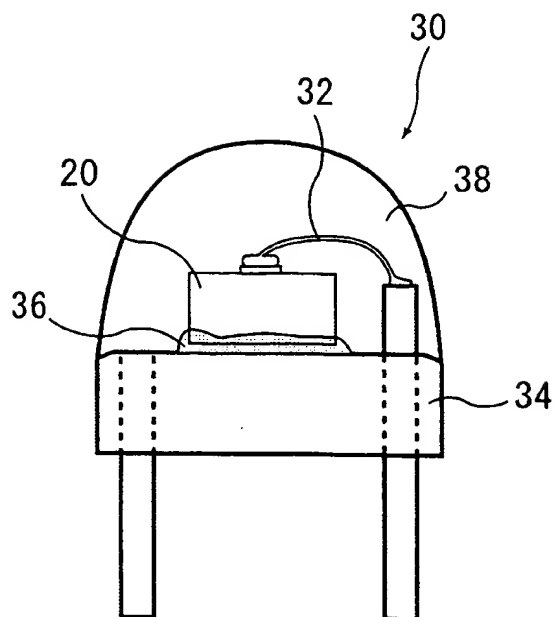
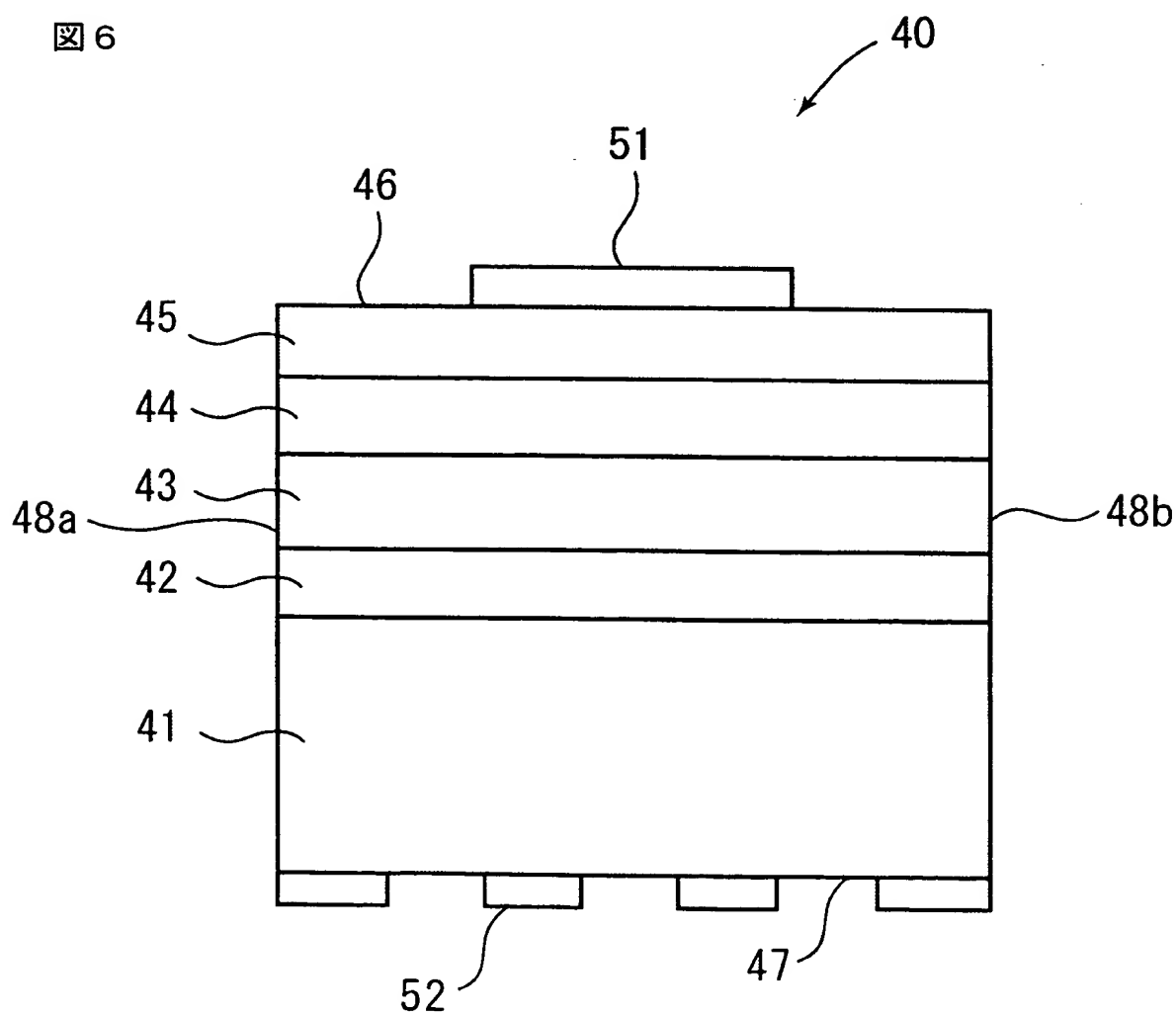


図 6



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06533

| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl. ⁷ H01L33/00 | | |
|---|---|--|
| According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC | | |
| B. FIELDS SEARCHED | | |
| Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl. ⁷ H01L33/00, H01L21/306 | | |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1965-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999 | | |
| Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) | | |
| C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| X | JP, 4-42582, A (Eastman Kodak Japan K.K.), | 1, 3 |
| Y | 13 February, 1992 (13.02.92) (Family: none) | 2, 4-6 |
| X | JP, 55-163884, A (Tokyo Shibaura Denki K.K.), | 1 |
| Y | 13 February, 1980 (13.02.80) (Family: none) page 2, upper right column, the last line to page 2 lower left column, line 2 | 4-6 |
| Y | JP, 10-65211, A (Mitsubishi Chemical Corporation), 06 March, 1998 (06.03.98) (Family: none) Par. No. [0013] | 1 |
| Y | JP, 4-116162, U (Sanyo Electric Co., Ltd.), 16 October, 1992 (16.10.92) (Family: none) | 2 |
| Y | JP, 4-250674, A (Nippon Mining Co., Ltd.), 07 September, 1992 (07.09.92) (Family: none) | 4-6 |
| A | JP, 59-76492, A (Hitachi, Ltd.), 01 May, 1984 (01.05.84) (Family: none) | 4-6 |
| A | JP, 59-85868, A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), | 4-6 |
| <input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex. | | |
| * Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family | | |
| Date of the actual completion of the international search 17 February, 2000 (17.02.00) | | Date of mailing of the international search report 29 February, 2000 (29.02.00) |
| Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office | | Authorized officer |
| Facsimile No. | | Telephone No. |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06533

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| A | 17 May, 1984 (17.05.84) (Family: none) JP, 61-77327, A (NEC Corporation), 19 April, 1986 (19.04.86) (Family: none) | 4-6 |

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP99/06533

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl'

H01L33/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl'

H01L33/00, H01L21/306

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1965-1996

日本国公開実用新案公報 1971-1999

日本国実用新案登録公報 1996-1999

日本国登録実用新案公報 1994-1999

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|--|------------------|
| X Y | JP, 4-42582, A (イーストマン・コダックジャパン株式会社) (13.02.92) 13.2月.1992 (ファミリーなし) | 1,3 2,4-6 |
| X Y | JP, 55-163884, A (東京芝浦電気株式会社) 20.12月.1980 (13.02.80) (ファミリーなし) 第2頁右上欄最終行~同頁左下欄第2行の記載 | 1 4-6 |
| Y | JP, 10-65211, A (三菱化学株式会社) 6.3月.1998 (06.03.98) (ファミリーなし) 段落0013の記載 | 1 |

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

17.02.00

国際調査報告の発送日

29.02.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

近藤 幸浩

印

2K

8422

電話番号 03-3581-1101 内線 3253

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | | |
|-----------------------|---|---------------|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | | 関連する 請求の範囲の番号 |
| Y | JP, 4-116162, U (三洋電機株式会社) (16. 10. 92) (ファミリーなし) | 16. 10月. 1992 | 2 |
| Y | JP, 4-250674, A (日本鉱業株式会社) (07. 09. 92) (ファミリーなし) | 7. 9月. 1992 | 4-6 |
| A | JP, 59-76492, A (株式会社日立製作所) (01. 05. 84) (ファミリーなし) | 1. 5月. 1984 | 4-6 |
| A | JP, 59-85868, A (住友電気工業株式会社) (17. 05. 84) (ファミリーなし) | 17. 5月. 1984 | 4-6 |
| A | JP, 61-77327, A (日本電気株式会社) (19. 04. 86) (ファミリーなし) | 19. 4月. 1986 | 4-6 |



PCT

From the INTERNATIONAL BUREAU

NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF THE
COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL
APPLICATION TO THE DESIGNATED OFFICES

(PCT Rule 47.1(c), first sentence)

To:

ISHIHARA, Shoji
No. 302, Wakai Building
7-8, Higashi-Ikebukuro 3-chome
Toshima-ku
Tokyo 170-0013
JAPON

| | | |
|---|---|---|
| Date of mailing (day/month/year) 13 July 2000 (13.07.00) | | |
| Applicant's or agent's file reference 75732-P-PCT | | IMPORTANT NOTICE |
| International application No. PCT/JP99/06533 | International filing date (day/month/year) 24 November 1999 (24.11.99) | |
| | | Priority date (day/month/year) 28 December 1998 (28.12.98) |
| Applicant SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD. et al | | |

1. Notice is hereby given that the International Bureau has communicated, as provided in Article 20, the international application to the following designated Offices on the date indicated above as the date of mailing of this Notice:
KR,US

In accordance with Rule 47.1(c), third sentence, those Offices will accept the present Notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

2. The following designated Offices have waived the requirement for such a communication at this time:
EP

The communication will be made to those Offices only upon their request. Furthermore, those Offices do not require the applicant to furnish a copy of the international application (Rule 49.1(a-bis)).

3. Enclosed with this Notice is a copy of the international application as published by the International Bureau on 13 July 2000 (13.07.00) under No. WO 00/41249

REMINDER REGARDING CHAPTER II (Article 31(2)(a) and Rule 54.2)

If the applicant wishes to postpone entry into the national phase until 30 months (or later in some Offices) from the priority date, a **demand for international preliminary examination** must be filed with the competent International Preliminary Examining Authority before the expiration of 19 months from the priority date.

It is the applicant's sole responsibility to monitor the 19-month time limit.

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

REMINDER REGARDING ENTRY INTO THE NATIONAL PHASE (Article 22 or 39(1))

If the applicant wishes to proceed with the international application in the **national phase**, he must, within 20 months or 30 months, or later in some Offices, perform the acts referred to therein before each designated or elected Office.

For further important information on the time limits and acts to be performed for entering the national phase, see the Annex to Form PCT/IB/301 (Notification of Receipt of Record Copy) and Volume II of the PCT Applicant's Guide.

| | |
|--|---|
| The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 740.14.35 | Authorized officer J. Zahra Telephone No. (41-22) 338.83.38 |
|--|---|

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

From the INTERNATIONAL BUREAU

NOTIFICATION CONCERNING
SUBMISSION OR TRANSMITTAL
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

To:

ISHIHARA, Shoji
No. 302, Wakai Building
7-8, Higashi-Ikebukuro 3-chome
Toshima-ku
Tokyo 170-0013
JAPON

| | |
|--|---|
| Date of mailing (day/month/year) 03 February 2000 (03.02.00) | |
| Applicant's or agent's file reference 75732-P-PCT | IMPORTANT NOTIFICATION |
| International application No. PCT/JP99/06533 | International filing date (day/month/year) 24 November 1999 (24.11.99) |
| International publication date (day/month/year) Not yet published | Priority date (day/month/year) 28 December 1998 (28.12.98) |
| Applicant SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD. et al | |

1. The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
2. This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
3. An **asterisk(*)** appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
4. The **letters "NR"** appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

| <u>Priority date</u> | <u>Priority application No.</u> | <u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u> | <u>Date of receipt of priority document</u> |
|------------------------|---------------------------------|---|---|
| 28 Dec 1998 (28.12.98) | 10/373153 | JP | 28 Janu 2000 (28.01.00) |

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer

Taïeb Akremi

Telephone No. (41-22) 338.83.38

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF RECEIPT OF
RECORD COPY

(PCT Rule 24.2(a))

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

ISHIHARA, Shoji
No. 302, Wakai Building
7-8, Higashi-Ikebukuro 3-chome
Toshima-ku
Tokyo 170-0013
JAPON

| | |
|---|---|
| Date of mailing (day/month/year) 15 December 1999 (15.12.99) | IMPORTANT NOTIFICATION |
| Applicant's or agent's file reference 75732-P-PCT | International application No. PCT/JP99/06533 |

The applicant is hereby notified that the International Bureau has received the record copy of the international application as detailed below.

Name(s) of the applicant(s) and State(s) for which they are applicants:

SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD. (for all designated States except US)
SUZUKI, Kingo et al (for US)

International filing date : 24 November 1999 (24.11.99)

Priority date(s) claimed : 28 December 1998 (28.12.98)

Date of receipt of the record copy
by the International Bureau : 13 December 1999 (13.12.99)

List of designated Offices :

EP : AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE
National : KR, US

ATTENTION

The applicant should carefully check the data appearing in this Notification. In case of any discrepancy between these data and the indications in the international application, the applicant should immediately inform the International Bureau.

In addition, the applicant's attention is drawn to the information contained in the Annex, relating to:

- ☒ time limits for entry into the national phase
☒ confirmation of precautionary designations
☒ requirements regarding priority documents

A copy of this Notification is being sent to the receiving Office and to the International Searching Authority.

| | |
|--|---|
| The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 740.14.35 | Authorized officer: Y. KUWAHARA Telephone No. (41-22) 338.83.38 |
|--|---|

INFORMATION ON TIME LIMITS FOR ENTERING THE NATIONAL PHASE

The applicant is reminded that the "national phase" must be entered before each of the designated Offices indicated in the Notification of Receipt of Record Copy (Form PCT/IB/301) by paying national fees and furnishing translations, as prescribed by the applicable national laws.

The time limit for performing these procedural acts is **20 MONTHS** from the priority date or, for those designated States which the applicant elects in a demand for international preliminary examination or in a later election, **30 MONTHS** from the priority date, provided that the election is made before the expiration of 19 months from the priority date. Some designated (or elected) Offices have fixed time limits which expire even later than 20 or 30 months from the priority date. In other Offices an extension of time or grace period, in some cases upon payment of an additional fee, is available.

In addition to these procedural acts, the applicant may also have to comply with other special requirements applicable in certain Offices. **It is the applicant's responsibility** to ensure that the necessary steps to enter the national phase are taken in a timely fashion. Most designated Offices do not issue reminders to applicants in connection with the entry into the national phase.

For detailed information about the procedural acts to be performed to enter the national phase before each designated Office, the applicable time limits and possible extensions of time or grace periods, and any other requirements, see the relevant Chapters of Volume II of the PCT Applicant's Guide. Information about the requirements for filing a demand for international preliminary examination is set out in Chapter IX of Volume I of the PCT Applicant's Guide.

GR and ES became bound by PCT Chapter II on 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, and may, therefore, be elected in a demand or a later election filed on or after 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, regardless of the filing date of the international application. (See second paragraph above.)

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

CONFIRMATION OF PRECAUTIONARY DESIGNATIONS

This notification lists only specific designations made under Rule 4.9(a) in the request. It is important to check that these designations are correct. Errors in designations can be corrected where precautionary designations have been made under Rule 4.9(b). The applicant is hereby reminded that any precautionary designations may be confirmed according to Rule 4.9(c) before the expiration of 15 months from the priority date. If it is not confirmed, it will automatically be regarded as withdrawn by the applicant. There will be no reminder and no invitation. Confirmation of a designation consists of the filing of a notice specifying the designated State concerned (with an indication of the kind of protection or treatment desired) and the payment of the designation and confirmation fees. Confirmation must reach the receiving Office within the 15-month time limit.

REQUIREMENTS REGARDING PRIORITY DOCUMENTS

For applicants who have not yet complied with the requirements regarding priority documents, the following is recalled.

Where the priority of an earlier national, regional or international application is claimed, the applicant must submit a copy of the said earlier application, certified by the authority with which it was filed ("the priority document") to the receiving Office (which will transmit it to the International Bureau) or directly to the International Bureau, before the expiration of 16 months from the priority date, provided that any such priority document may still be submitted to the International Bureau before that date of international publication of the international application, in which case that document will be considered to have been received by the International Bureau on the last day of the 16-month time limit (Rule 17.1(a)).

Where the priority document is issued by the receiving Office, the applicant may, instead of submitting the priority document, request the receiving Office to prepare and transmit the priority document to the International Bureau. Such request must be made before the expiration of the 16-month time limit and may be subjected by the receiving Office to the payment of a fee (Rule 17.1(b)).

If the priority document concerned is not submitted to the International Bureau or if the request to the receiving Office to prepare and transmit the priority document has not been made (and the corresponding fee, if any, paid) within the applicable time limit indicated under the preceding paragraphs, any designated State may disregard the priority claim, provided that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

Where several priorities are claimed, the priority date to be considered for the purposes of computing the 16-month time limit is the filing date of the earliest application whose priority is claimed.